EXHIBIT 84

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

CONFIDENTIEL

SAMPLE N° 825424

REANALYSIS

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

LIST OF CONTENT

SECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART	**pages 1-5**
Internal chain of custody of bottles	1
Internal chain of custody of aliquots	5
SECTION 2 : TECHNICAL PART	**pages 6-88**
Confirmation analysis by GC/C/IRMS	6-88
1- List of performed analyses	6
2- Confirmation instruction	7
3- Method and preparative form	9
4- GC/MS analysis	28
4-1 Description of GC/MS analysis	28
4-2 GC/MS analysis data	30
- Injection sequence	30
- Positive reference	31
- Negative aliquot and Sample A 825424 for each fraction	35
4-3 Data on instrument performances	47
4-4 Result form	50
5- Isotopic ratio analysis	53
5-1 Description of GC/C/IRMS analysis	53
5-2 Isotopic ratio analysis data	56
- Injection sequence	56
- Negative aliquot and Sample A 825424 for each fraction	57
5-3 Data on instrument performances	69
5-4 Result form	87
SECTION 3 : Certificate of analysis n°30205	**page 89**

afld Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 1/2

FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE

Date de l'analyse de contrôle : 20/04/2007

Demande :

Demande faite par : USADA

N° d'échantillon concerné : A825424

Nature du milieu biologique : URINE

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Identification des personnes présentes pour l'analyse de contrôle :

	Laboratoire			Témoin indépendant	Expert	Autres USADA
Nom :	de CEDEÑO	Burrood	Nongongu			
Signature						

Chaine de détention interne :

Lieu de déstockage Chambre froide ☒ Congélateur ☐ n° CHF 1

Conditions de stockage -80°C ☐ -20°C ☐ +4°C ☒

Destockage des flacons A ☒ B ☐

Date : 20/04/2007 Heure : 10 h 40 Opérateur : A.D

Vérification de l'identification :

Système : Versapak ☐ Berlinger ☒ Autre ☐ N° : A825424

Conformité par rapport au procès verbal de contrôle antidopage : Oui ☐ Non ☐

Intégrité des scellés : Oui ☒ Non ☐

Validation de la conformité de l'échantillon (Signatures) :

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre USADA

1

afld Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 2/2
FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE		

Ouverture du scellé :

Date : 20./..04./..2007 Heure : ..10.. h..55.. Opérateur : 49.....

Localisation : salle n° 004.....

N° du flacon : A825424

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Volume : ...55...mL
(si le milieu est congelé attendre sa décongélation pour mesurer le volume)

Validation de l'ouverture du scellé (Signatures) :

USADA

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre

Remise sous scellé : Oui ☒ Non ☐

Date : 20./..04./..2007 Heure : 11.... h..05... Opérateur: 01.....

Système : Versapak ☐ Berlinger ☒ Autre ☐

N° de flacon : A825424.... *N° de scellé :* 826136.

Volume restant : 15 ml.

Lieu de stockage Chambre froide ☐ Congélateur ☒ n°..CAF N°5.

Conditions de stockage -80°C ☐ -20°C ☒ +4°C ☐

Stockage de la remis sous scellé

Date : 20./..04./..2007 Heure : 11H.... h...10 Opérateur : 01.....

Validation de la remise sous scellé (Signatures) :

USADA

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier analytique de la contre expertise.

2

afld Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05 A Version : C Date : 17/10/2006 1/2
TRACABILITE DES FLACONS A ET B		

N° de Série :

Réception et Stockage avant enregistrement (si nécessaire):

Réception par	Date et Heure	Stockage	Heure
		-	-

Stockage après enregistrement :

Flacons	Entreposés par	Date et Heure	Lieu

Chaîne de possession des flacons A:

Echantillon A 825424

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
16/04/2007 09h30	49/10	CH-FR.5 (-20°C)	**Déstockage pour renumérotation**
16/04/2007		CH-FR.1 (+4°C)	**Stockage après nouvelle numérotation**
17/04/2007 11h25	01	Salle 004 (ambiant)	**Déstockage pour tirage au sort n°2 puis restockage**
18/04/2007 10h30	01	Salle 004 (ambiant)	**Déstockage pour tirage au sort n°3 puis restockage**
19/04/2007 11h20	10	Salle 004 (ambiant)	**Déstockage pour tirage au sort n°4 puis restockage**
20/04/2007 10h40	10	Salle 004 (ambiant)	**Déstockage pour tirage au sort n°5**
20/04/2007 10h55	49	Salle 004 (ambiant)	**Ouverture des scellés**
20/04/2007 11h05	49	Salle 004 (ambiant)	**Mise en tube pour confirmation IRMS (EC31)**
20/04/2007 11h05	01	Salle 004 (ambiant)	**Remise sous scellé n°826136**
20/04/2007 11h10	01	CH-FR.5 (-20°C)	**Stockage**

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

3

afld Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : **E-TE-05 A** Version : **C** Date : 17/10/2006 2/2
TRACABILITE DES FLACONS A ET B		

Chaîne de possession des flacons B:

Echantillon

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif. 4

afld Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : **E-TE-05B** Version : **C** Date : 17/10/2006 1/1
TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B		

N° de Série :

Chaîne de possession des aliquotes A:

Echantillon A 825424

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
20/04/2007 11h15	Aliquote EC31	49	Préparation jusqu'à acétylation	Confirmation IRMS(EC31)
21/04/2007 9h10	Aliquote EC31	49	Fin de préparation	
21/04/2007 18h22	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
22/04/2007 13h35	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Reprise pour analyses IRMS	
22/04/2007 15h26	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Analyse GC/C/IRMS sur ISOPRIME 2	**Origine exogène des métabolites de la Testostérone**

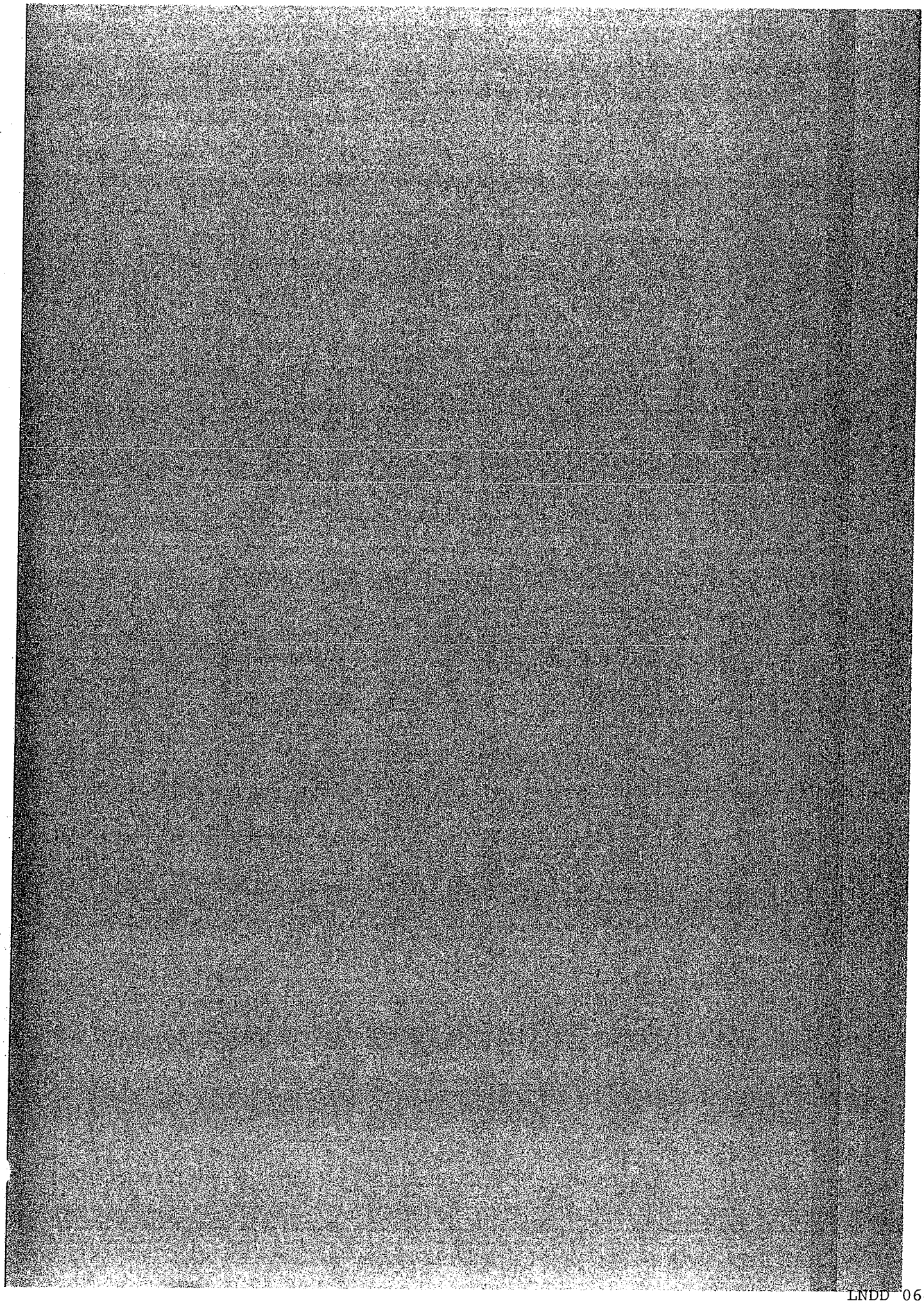
Chaîne de possession des aliquotes B:

Echantillon

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

5



LNDD	ENREGISTREMENT	Code : E-RECAP-01 Version : J Date : 09/06/2006

FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES

ECHANTILLON

N° de laboratoire :

N° échantillon : A 825424

Produit(s) confirmé(s) : Analyse isotopique 13C / 12C

pH mesuré en conf : 5,3

Densité affichée en conf : 1,016

Réfractomètre n° : 2

* Densité corrigée : 1,018

CONFIRMATION QUALITATIVE

Essai n° : EC 31

Mode opératoire de préparation : M-EX- 24 Version : C

Mode opératoire d'analyse : M-AN- 52/41 Version : A/B

CG/SM (SCAN)	X	CG/SM (SIM)		CG/SM2		CG/SM3	
CL/SM		CL/SM2		CL/SM3		CL/UV	
IMM		EPO		CG/C/IRMS	X	Cytométrie	

CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE

Essai n° : EC

Mode opératoire de préparation : M-EX- Version :

Mode opératoire d'analyse : M-AN- Version :

		CG/SM (SIM)				CG/SM (SCAN)	
CL/SM (SIM)		CL/SM2		CL/SM3		CL/UV	

Concentration estimée:

* Concentration corrigée :

CONFIRMATION QUANTITATIVE

Essai n° :

Mode opératoire de préparation : Version :

Mode opératoire d'analyse : M-AN- Version :

CG/TSD		CG/SM (SIM)				CG/SM (SCAN)		IMM	

Concentration mesurée:

* Seuil corrigé :

DEPISTAGE RAPIDE

ES02 -BBS (CG-SM)		ES08 -HES (CG/SM)		ES06 - IMM	
ES02C -EPH (CG/SM)		ES08B -PS		ES07 -EPO	
ES03 -CD (CL/SM)		ES03B -LCH (CL/SM/SM)		ESS01 - HBOCs	
ES04 -H (CG/SM)		ES05 -MS2 (CG/SM/SM)		ESS02 - TS	
ES03C -LCH (CL/SM)					

Code opérateur de l'analyste : 49

Code opérateur du responsable : 10

Date et paraphe : 23/04/07

Date et paraphe : 23/04/07

Hors portée d'accréditation :

Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée :

6

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

* à remplir par le responsable

LNDD	INSTRUCTION	Codification : **I-CONF-31** Version : **D** Date : 17/01/2006 1 / 2

CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Appareil utilisable : **ISOPRIME MICROMASS - GV INSTRUMENT**

Mode opératoire d'extraction : **M-EX-24**

APPLICABLE le
19 JAN. 2006

Mode opératoire de préparation du Mix Acétate: **M-EXMix-05**

Mode opératoire d'analyse: - **GC/MS: M-AN-52**

- **GC/C/IRMS: M-AN-41**

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

L'analyse CG/MS doit être effectuée avant l'analyse GC/C/IRMS

Mode opératoire de dépouillement : - **GC/MS: M-RDP-05**

- **GC/C/IRMS: M-DP-31**

CONFIDENTIEL

Dépouiller l'analyse GC/MS avant d'effectuer l'analyse GC/C/IRMS

Traiter simultanément : **un blanc urinaire**
un aliquot échantillon

7

CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	17/01/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	31/10/2002
B	Révision biennale	24/01/2005
C	Ajout d'une extraction sur Gilson	28/10/2005
D	Ajout de la préparation du mix acétate (M-EXMIX-05). Ajout de M-RDP-05.	17/01/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 1 / 4

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Documents utilisés : E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

Opérations	Matériel	Réactifs et produits
Prise d'essai selon I-VOL-01 8 ml maximum par tube	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Biohit 1-5ml Cônes Biohit	
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transvaser le surnageant dans tube prélablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-06	Cartouches Bond Elut C18 500mg Tubes Kimbles 16x100 mm	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate pH = 6.5	Dispensette	Tampon Phosphate pH = 6.5 Chambre froide à +4°C (cf M-P-05)
Agiter jusqu'à dissolution complète	Vortex	
Ajouter 2 gouttes de β–glucuronidase	Compte goutte	β–glucuronidase Chambre froide à +4°C
Boucher et agiter 1 seconde	Bouchons Zymarck Vortex	
Hydrolyser 1h00 à 55°C	Etuve	
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transvaser le surnageant dans tubes préalablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-07	Cartouches Bond Elut C18 200mg Tubes Kimble 13x100 mm	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote

APPLICABLE le
19 JAN. 2006

CONFIDENTIEL

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

9

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Opérations	Matériel	Réactifs et produits
Dissoudre et réunir dans un tube les extraits du même échantillon : Mettre de côté un tube sec Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans les autres tubes et agiter 10s avant de les transvaser dans le tube sec	Pipettman de 1 ml Pipette pasteur Vortex	Acétonitrile
Rincer les tubes transvasés avec 500µl d'acétonitrile	Pipettman de 1 ml Pipette pasteur	Acétonitrile
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 50 µl de pyridine Ajouter 50 µl d'anhydride acétique	Pipettman de 50 µl - Cônes Greiner Vortex	Pyridine désséchée Anhydride acétique > 99%
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale Agiter 5 secondes et boucher	Vortex	CONFIDENTIEL
Dériver le tube bien fermé 1h00 à 60°Cou laisser une nuit à température ambiante	Bain à sec à 60°C ou Portoir à tubes sous hotte	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 1 ml d'acétonitrile Agiter 10 secondes Ajouter 1 ml d'eau ultrapure Agiter 10 secondes	Pipette Biohit 1-5 ml Cônes Biohit Vortex	Acétonitrile Eau ultrapure
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-08	Cartouches Baker C18 500 mg Tubes kimble 13x100 mm	
Evaporation à sec des fractions F1 (environ 2h00) F2 (environ 1h30) F3 (environ 45min)	Bain à sec à 80°C	Azote

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Traitement des fractions F1, F2 et F3

Opérations	Matériel	Réactifs et produits
Ajouter le SI selon I-VOL-01	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 200 ng/µl
Ajouter 200 µl d'acétonitrile	Pipettman réglable de 200 µl Cônes Greiner	Acétonitrile
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale		
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C	Vials en verre avec insert 300 µl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume	CONFIDENTIEL
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

Après analyse GC/MS :

Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01) Agiter 10 secondes	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 0.2mg/ml
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane (Cf I-VOL-01)	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	17/01/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
2	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A -->Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
B	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
C	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

CONFIDENTIEL

12

PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Application :	**Irms0.spe**
Durée d'extraction pour un tube:	**13.30min**
Tube utilisé:	**Kimble 16x100mm**
Type de cartouche utilisée:	**Bond Elut C18 Varian 500mg/3ml**

Documents utilisés: I-M-02, I-N-02

1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

Voie 1 : Méthanol
Voie 2 : Eau ultrapure
Voie 3 : Acétonitrile
Voie 4 : Rien
Voie 5 : Rien
Voie 6 : Rien
Voie 7 : Rien
Voie 8 : Rien

CONFIDENTIEL

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre

2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les puges eau, air et/ou solvant. Voir **I-M-02.**

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes de recueil et placer les cartouches .

L'ordre de passage est le suivant:
Blanc urinaire 1
Echantillon 1
Blanc uriaire 2
Echantillon 2
...

Pour lancer l'extraction, voir **I-N-02.**

13

3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	3	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	3	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	8.5	4
Lavage	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Séchage	1 minute			
Elution	**Méthanol**	**Fraction 1**	**6**	**2**
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	2	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	2	20

CONFIDENTIEL

14

PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	06/02/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution homogénéisation titre , ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

CONFIDENTIEL

15

DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Application :	**Irms1te.spe**
Duréé d'extraction par tube :	**16.30 min**
Tube utilisé de recueil utilisé :	**Kimble 13x100 mm**
Type de cartouche utilisée :	**Bond Elut C_{18} Varian – 200 mg / 3 ml**

Documents utilisés : I-M-02, I-N-02

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol
Voie 2 : Eau ultrapure
Voie 3 : Acétonitrile
Voie 4 : Rien
Voie 5 : Rien
Voie 6 : Rien
Voie 7 : Rien
Voie 8 : Rien

CONFIDENTIEL

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire. Voir **I-M-02.**

Positionner à droite les tubes à extraire et disposer au niveau des recueils les tubes 13x100mm insérés dans les tubes 16x100mm.

L'ordre de passage est le suivant :
Blanc urinaire 1 tube 1
Blanc urinaire 1 tube 2
Blanc urinaire 1
Echantillon 1 tube 1
Echantillon 1 tube 2
Echantillon 1
Blanc urinaire 2 tube 1
Blanc urinaire 2 tube 2
Blanc urinaire 2

16

DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Echantillon 2 tube 1
Echantillon 2 tube 2
Echantillon 2

Placer les cartouches et lancer l'extraction selon **I-N-02.**

3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	4	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	2	4
Préparation du mélange 20%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.8 / 3.2	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure **20/80**	Poubelle	4	2
Préparation du mélange 30%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.6 / 1.4	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure **30/70**	Poubelle	2	2
Séchage	1 minute			
Elution	**Acétonitrile**	**Fraction 1**	4	**2**
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	4	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	4	20

CONFIDENTIEL

17

DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	06/02/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Réajustement de l'extraction	22/04/2005
D	Réajustement de l'extraction D:homogénéisation du titre, ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

CONFIDENTIEL

18

LNDD	INSTRUCTION	Codification : **I-EX -08** Version : **C** Date : 08/09/2005 1 / 3

TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Application :	**irms2te.spe**
Durée d'extraction pour un tube :	**41,3 min**
Tube utilisé :	**Kimble 13x100 mm**
Type de cartouche utilisée :	**Baker C_{18}**
Volume de la cartouche :	**500 mg / 3 ml**

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

APPLICABLE le
08 SEP. 2005

1 - DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol
Voie 2: H_2O (ultrapure)
Voie 3: Acétonitrile
Voie 4: Rien
Voie 5: Rien
Voie 6: Rien
Voie 7 : Rien
Voie 8 : Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

CONFIDENTIEL

2 - LANCEMENT DE LA SEQUENCE D'ANALYSE :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire (cf I-M-02)
Lancer l'extraction selon I-N-02

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes éluats.
Utiliser le gros rack, disposer au niveau des receuils les tubes 13x100 mm insérés dans des tubes 16x100 mm et placer les échantillons dans l'ordre suivant :

19

TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Tubes des échantillons	Tubes des recueils
Blanc urinaire 1	Blanc urinaire 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F2 (Keto)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F3 (Diol)
Echantillon 1	Echantillon 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F2 (Kéto)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F3 (Diol)
...	...

Placer les cartouches en laissant deux intervalles de libre entre chaque cartouche et cliquer ensuite sur RUN MONITOR puis sur RUN du module choisi.

CONFIDENTIEL

3 - EXTRACTION SUR CARTOUCHE :

Etape	Solvant	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	MeOH	Poubelle	5	10
Conditionnement colonne	H_2O	Poubelle	5	10
Chargement échantillon	Reprise CH_3CN-H_2O 50/50	Poubelle	2,5	4
Préparation mélange 30 %	CH_3CN-H_2O	Mixer	1,8 / 4,2	30
Lavage	CH_3CN-H_2O **30/70**	Poubelle	6	2
Préparation mélange 40 %	CH_3CN-H_2O	Mixer	2,4 / 3,6	30
Lavage	CH_3CN-H_2O **40/60**	Poubelle	6	2
Préparation mélange 50 %	CH_3CN-H_2O	Mixer	3 / 3	30
Elution F1	CH_3CN-H_2O **50/50**	**Fraction 1**	6	2
Préparation mélange 50 %	CH_3CN-H_2O	Mixer	1 / 1	30
Elution F1	CH_3CN-H_2O **50/50**	**Fraction 1**	2	2
Préparation mélange 75 %	CH_3CN-H_2O	Mixer	4,5 / 1,5	30
Elution F2	CH_3CN-H_2O **75/25**	**Fraction 2**	6	2
Préparation mélange 75 %	CH_3CN-H_2O	Mixer	2,4 / 0,8	30
Lavage	CH_3CN-H_2O **75/25**	Poubelle	3,2	2
Elution F3	CH_3CN	**Fraction 3**	4	2
Rinçage canule	H_2O	Canule	2	30
Lavage	MeOH	Poubelle	2	30

TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	08/09/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	08/09/2005	
vérifié par	Adeline MOLINA	08/09/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	08/09/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	02/10/2002
B	Révision biennale analyse d'une troisième fraction	31/08/2004
C	Elimination d'une interférence dans la fraction F1 - Changement titre pour homogénéisation	08/09/2005

CONFIDENTIEL

21

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 1/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Mode opératoire d'extraction: M-EX-24

Echantillon : A 805424 Sexe : M [] F []

Mise à l'ambiant de l'échantillon : Date : 20/04/07 Heure : 10h40

Prise d'essai: Volume: 40 mL Heure: 11h05 Paraphe: [signature]

	Date	Appareil	Température en °C	Valeur lue	Paraphe
pH	20/04/07	pHmet n° : 4	20,6	5,27	[signature]
Densité	20/04/07	Refract n° : 6		1,016	[signature]

Blanc urinaire : Pool 4 Densité : 1,023 Prise d'essai : 16 mL Paraphe : [signature]

Préparation de l'échantillon

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Première extraction	20/04/07	11h15		Rapid Trace : RTIRD	[signature]
	20/04/07		12h50		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Evaporation	20/04/07	12h50	13h55	Bain à sec (BSE) : 521	[signature]
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Hydrolyse	20/04/07	14h05		Code du tampon : T061206-10 DLU* de la βGlu : 18 05 07 Etuve n° : 5	[signature]
	20/04/07		15h10		
Deuxième extraction	20/04/07	15h35		Rapid Trace : RTIRD	[signature]
	20/04/07		17h55		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	

*DLU: date limite d'utilisation

22

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 2/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation	20/04/07	17h55	19h15	Bain à sec (BSE) : S21	
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER 1	
Acétylation	20/04/07	19h15		DLU* Anhydride acétique : 11/2008 DLU* Pyridine : 12/2007 ~~Bain à sec (BSE)~~ : ou Température ambiante	
	21/04/07		9h10		
Evaporation	21/04/07	9h10	9h35	Bain à sec (BSE): S21	
Troisième extraction	21/04/07	9h40		Rapid Trace : RTIRD	
	21/04/07		11h20		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER .1	
Evaporation	21/04/07	11h20	13h50	Bain à sec (BSE): N4	
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER .1	
Ajout SI, Mise en vial	21/04/07	13h50		Code du SI (0,2mg/mL) : H67-004 C	
	21/04/07		14h05		
Evaporation	21/04/07	14h05		Bain à sec (BSE): S21	
	21/04/07		14h25		
Stockage à +4°C				Lieu : CH-ER .1	

Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (µl)	20	200	20
Volume hexane (µl)	100	400	100

23

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : **E-TE-03C** Version : **G** Date : 17/01/2006 3/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	21/04/07	14h25			
Injection CG/MS	21/04/07	14h30		MSD 22	
	22/04/07		13h35		
Ajout du SI si nécessaire	22/04/07	13h35		Code du SI (200ng/µL) : H67-0040	
Evaporation	22/04/07	13h40	13h55	Bain à sec (BSE) : S21	
Stockage des vials à 4°C				Lieu : CH-FR-1	

Autres opérations (dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Analyse par GC/C/IRMS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (µl)	6	50	4
Volume final hexane (µl)	45	450	15

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : **E-TE-03C** Version : **G** Date : 17/01/2006 4/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	22/04/07	13h55	[redacted]		
Injection GC/C/IRMS	22/04/07	14h40	[redacted]	ISOPRIME 2	

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Ecarts n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon

25

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date :09/05/2006 1 / 2
METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE		

1. Préparation du Mix Acétate pour la GC/MS:

Opérations	Matériel	Réactif et produits
Prélever 100 µl de la solution Mix Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 100 µl d'hexane	Pipettman régleage de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	

CONFIDENTIEL

2. Préparation du Mix Cal Acétate pour la GC/C/IRMS:

Opérations	Matériel	Réactif et produits
Prélever 50 µl de la solution Mix Cal Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Cal Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 50 µl d'hexane	Pipettman régleable de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	

APPLICABLE le
15 MAI 2006

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

26

METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	09/05/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	09/05/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	09/05/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	09/05/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	17/01/2006
B	ajout du mix cal acétate	09/05/2006

CONFIDENTIEL

27

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-52 Version : A Date :28/10/2005 1 / 2

ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

APPLICABLE le
28 OCT. 2005

CONFIDENTIEL

COLONNE

Type:	DB17-MS JW Scien 122.4732
Longueur:	30m
Diamètre interne:	0.25mm
Epaisseur du film:	0.25µm

INJECTION

Mode:	Splitless (insert splitless)
Température injecteur:	280°C
Volume injecté:	1µl
Solvants de rinçage ALS:	Solvant A: Acétonitrile Solvant B: Hexane

CONDITIONS GC:

Température initiale:	70°C pendant 1 min
Gradient de température:	70–>270°C à 30°C/min 270°C pendant 12 min 270–>300°C à 10°C/min
Température finale:	300°C pendant 3 min
Temps d'analyse:	25.67 min
Temps d'équilibrage de la colonne:	0.5 min
Pression constante:	Ajuster le SI à 10.7 min (+/-0.5min)
Température de la ligne de transfert	300°C

CONDITIONS SM:

Solvent delay:	9 min
Température quad:	150°C
Température Source:	230°C
Fichier tune:	Autotune
Mode d'acquisition:	Full scan 50-550 uma

28

ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélie LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	28/10/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	28/10/2005

CONFIDENTIEL

Sequence Name: C:\MSDChem\1\sequence\2007\Avril07\2104.S
Comment:
Operator: 49
Data Path: D:\MSD22\2007\AVRIL07\2104\

Top Pre-Seq Cmd:
Instrument Control Pre-Seq Cmd:
Data Analysis Pre-Seq Cmd:

Top Post-Seq Cmd:
Instrument Control Post-Seq Cmd:
Data Analysis Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run
(X) Full Method
() Reprocessing Only

On A Barcode Mismatch
(X) Inject Anyway
() Don't Inject

Line		Sample Name/Misc Info		
1) Calibration	1			
Datafile		2104MixAc01		
Method		MAN_52		
2) Calibration	2			
Datafile		2104MixAc02		
Method		MAN_52		
3) Blank	3	Blu1F3	MAN_52	Blu 1 F3
4) Sample	4	865F3	MAN_52	A 993865 F3
5) Blank	5	Blu1F2	MAN_52	Blu 1 F2
6) Sample	6	865F2	MAN_52	A 993865 F2
7) Blank	7	Blu1F1	MAN_52	Blu 1 F1
8) Sample	8	865F1	MAN_52	A 993865 F1
9) Blank	9	Blu2F3	MAN_52	Blu 2 F3
10) Sample	10	424F3	MAN_52	A 825424 F3
11) Blank	11	Blu2F2	MAN_52	Blu 2 F2
12) Sample	12	424F2	MAN_52	A 825424 F2
13) Blank	13	Blu2F1	MAN_52	Blu 2 F1
14) Sample	14	424F1	MAN_52	A 825424 F1

Séquence vérifiée par : 49

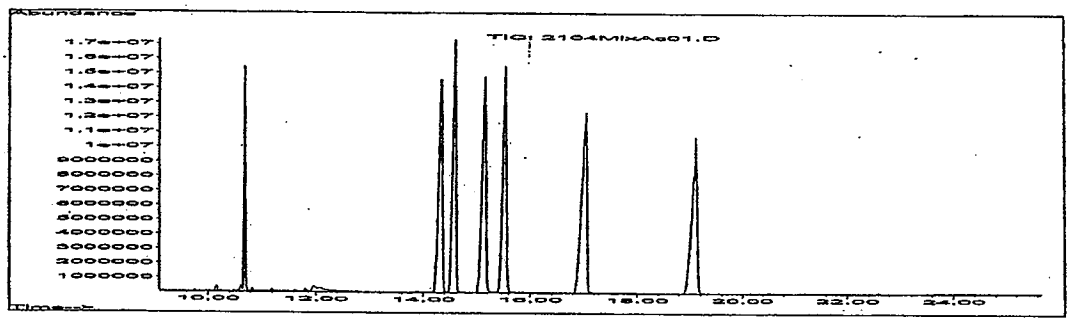
Remarques :

.....

Last Modified: Sat Apr 21 10:27:32 2007 Page: 1

30

Data File Name 2104MixAc01.D
Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\2104\
Operator 49
Date Acquired 4/21/2007 10:30
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Mix Ac 50
Vial Number 1
Misc Info Mix Acétate 002 50ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	20,775,560
Etiocholanolone AC	14.34	1.342	272	36,891,570
Androsterone AC	14.61	1.366	272	60,905,981
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.16	1.418	256	36,923,293
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.55	1.454	316	47,854,261
11 KetoEtiocholanolone AC	17.06	1.596	271	47,940,071
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.12	1.789	284	44,297,641

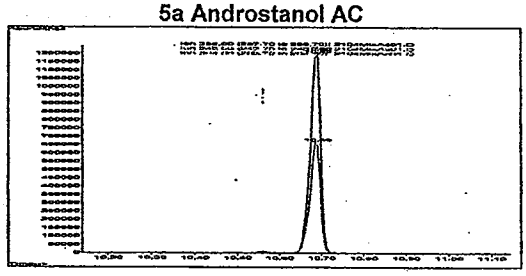
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	21,746,323	104.7
Etiocholanolone AC	257	23,730,509	64.3
Androsterone AC	257	26,596,997	43.7
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	33,031,768	89.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	28,816,754	60.2
11 KetoEtiocholanolone AC	191	40,592,517	84.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	25,436,500	57.4

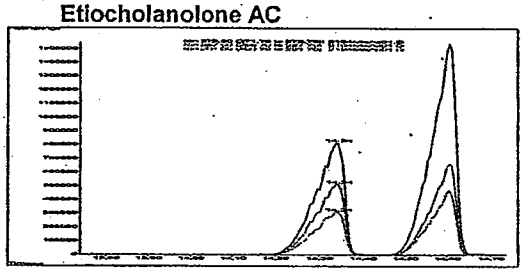
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	11,759,053	56.6
Etiocholanolone AC	201	14,810,430	40.1
Androsterone AC	218	19,093,800	31.3
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	28,661,094	77.6
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	24,381,998	51.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	28,287,952	59.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	11,798,913	26.6

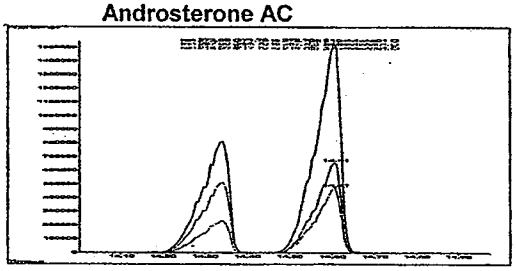
5a Androstanol AC



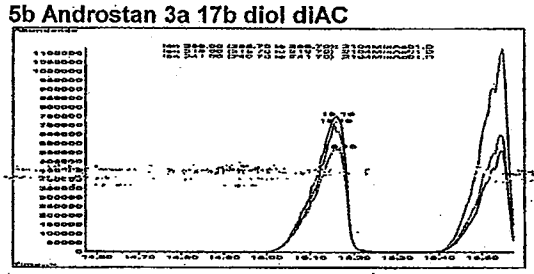
Etiocholanolone AC



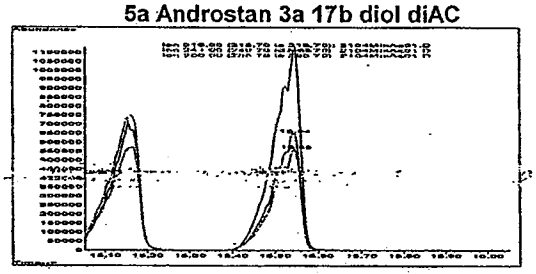
Androsterone AC



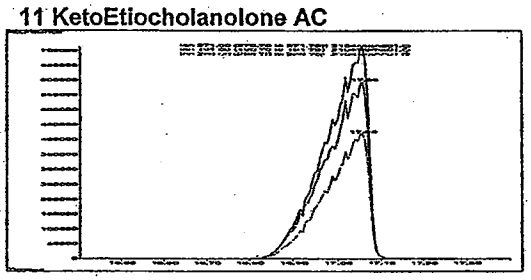
5b Androstan 3a 17b diol diAC



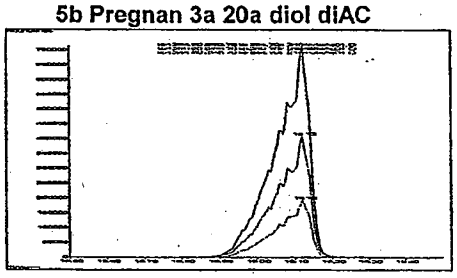
5a Androstan 3a 17b diol diAC



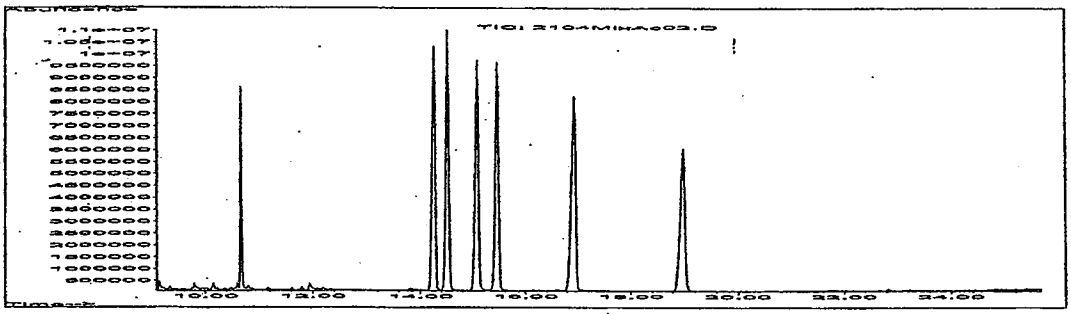
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 2104MixAc02.D
Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\2104\
Operator 49
Date Acquired 4/21/2007 11:02
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Mix Ac 100
Vial Number 2
Misc Info Mix Acétate 002 100ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	11,366,556
Etiocholanolone AC	14.27	1.339	272	20,433,839
Androsterone AC	14.53	1.363	272	33,820,317
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.08	1.414	256	19,618,097
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.46	1.450	316	25,457,160
11 KetoEtiocholanolone AC	16.94	1.589	271	25,995,726
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.00	1.782	284	23,247,435

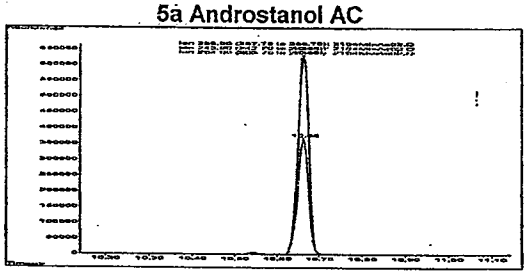
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	12,060,965	106.1
Etiocholanolone AC	257	13,338,304	65.3
Androsterone AC	257	14,852,034	43.9
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	17,838,122	90.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	15,276,340	60.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	22,434,324	86.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	13,226,071	56.9

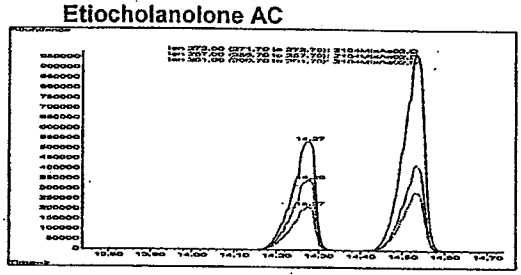
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	6,669,991	58.7
Etiocholanolone AC	201	8,261,771	40.4
Androsterone AC	218	10,536,094	31.2
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	15,318,813	78.1
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	12,796,196	50.3
11 KetoEtiocholanolone AC	286	15,438,073	59.4
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	6,206,929	26.7

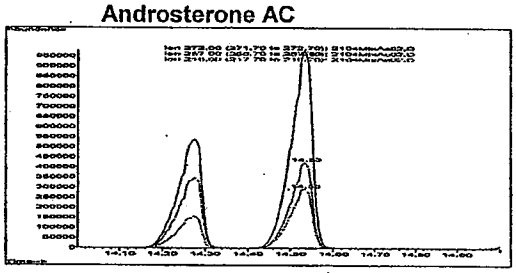
5a Androstanol AC



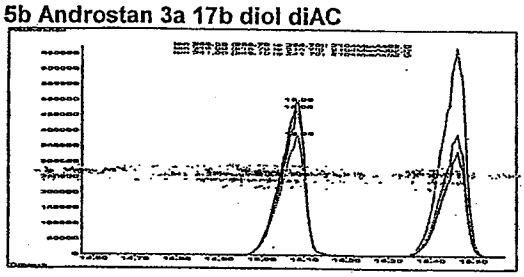
Etiocholanolone AC



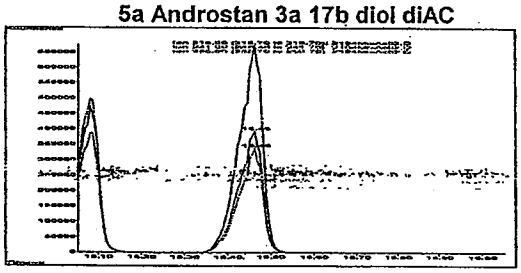
Androsterone AC



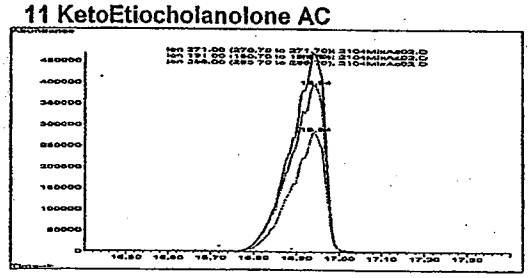
5b Androstan 3a 17b diol diAC



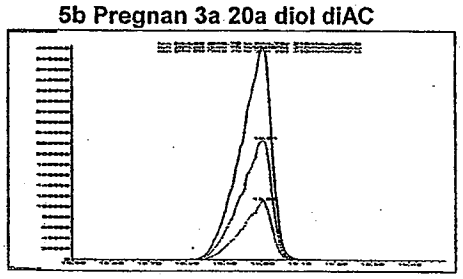
5a Androstan 3a 17b diol diAC



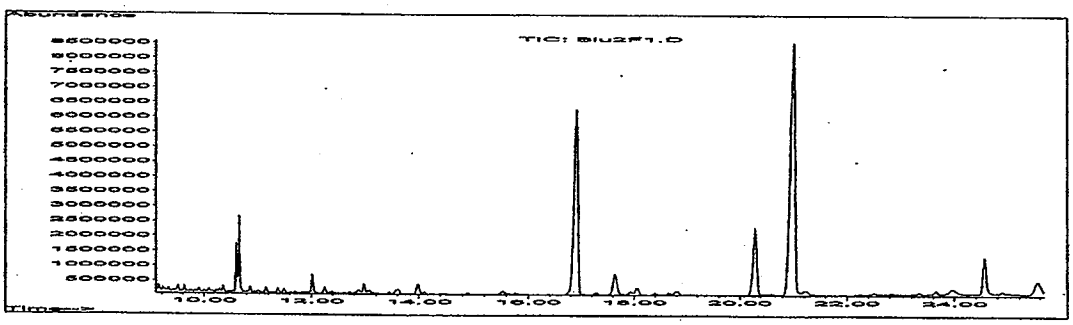
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name Blu2F1.D
Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\2104\
Operator 49
Date Acquired 4/21/2007 19:59
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Blu 2 F1
Vial Number 13
Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	3,202,157
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.92	1.587	271	17,508,133
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

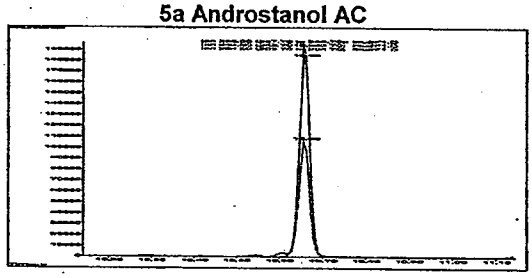
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	3,341,611	104.4
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	15,442,354	88.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

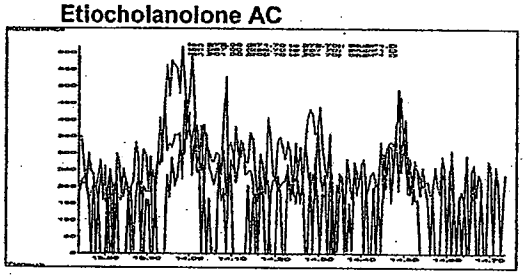
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,824,746	57.0
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	10,225,554	58.4
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

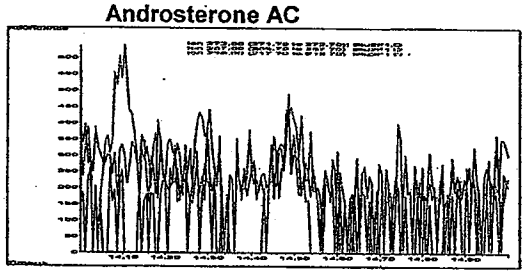
5a Androstanol AC



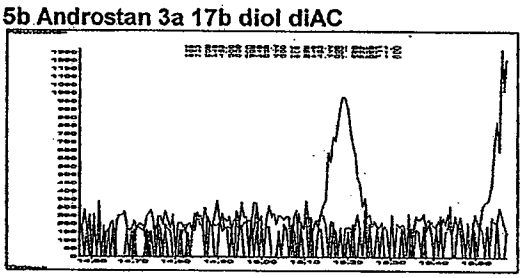
Etiocholanolone AC



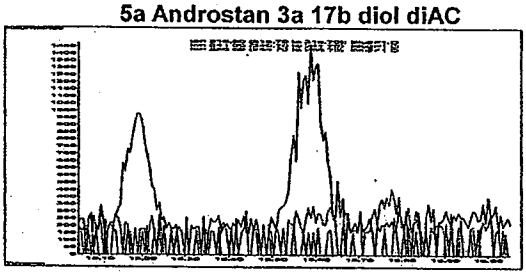
Androsterone AC



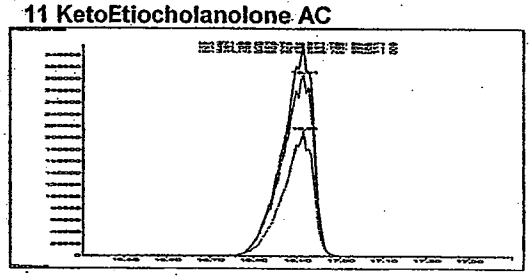
5b Androstan 3a 17b diol diAC



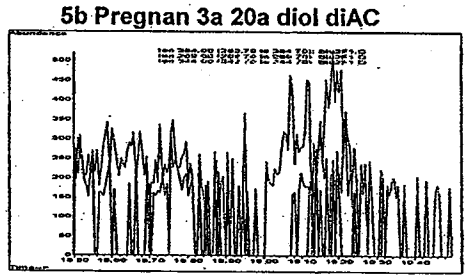
5a Androstan 3a 17b diol diAC



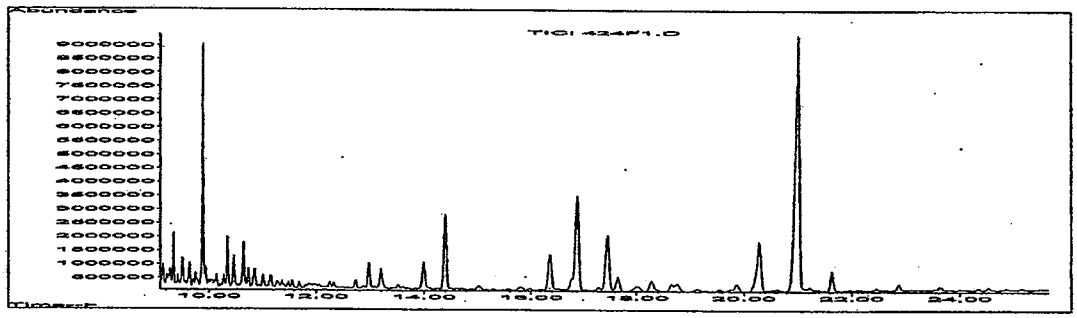
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 424F1.D
Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\2104\
Operator 49
Date Acquired 4/21/2007 20:31
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name A 825424 F1
Vial Number 14
Misc Info A 825424 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	1,570,585
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.89	1.585	271	8,759,021
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

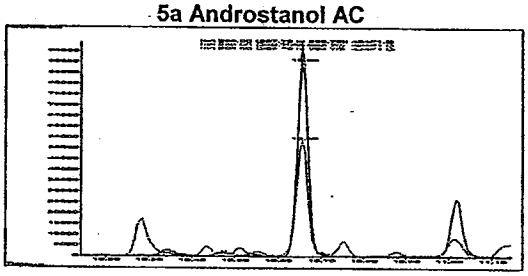
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	1,700,532	108.3
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	7,822,510	89.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

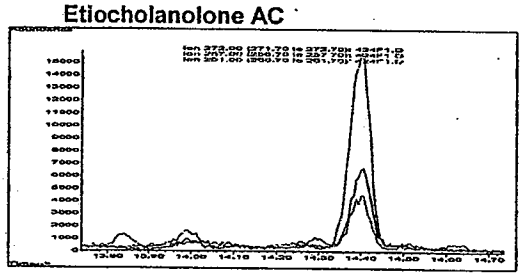
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,030,968	65.6
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	5,279,430	60.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

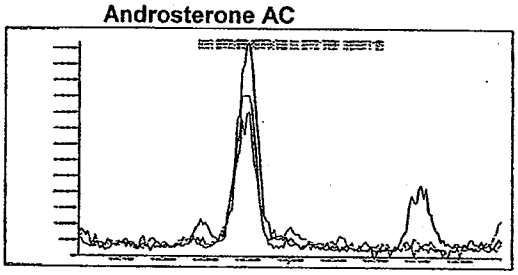
5a Androstanol AC



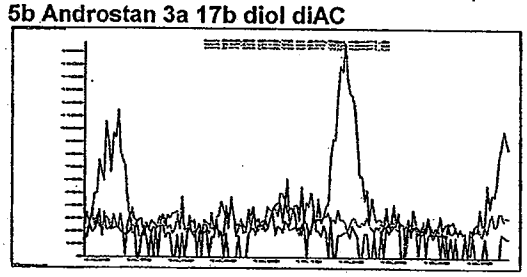
Etiocholanolone AC



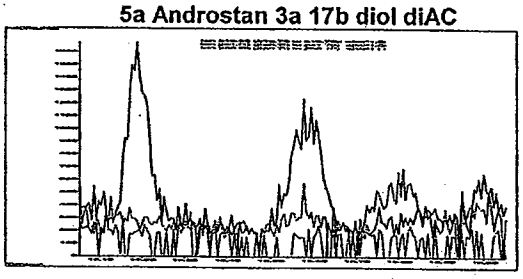
Androsterone AC



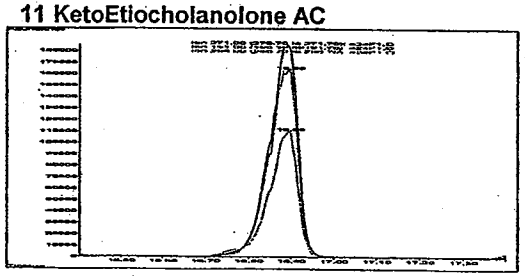
5b Androstan 3a 17b diol diAC



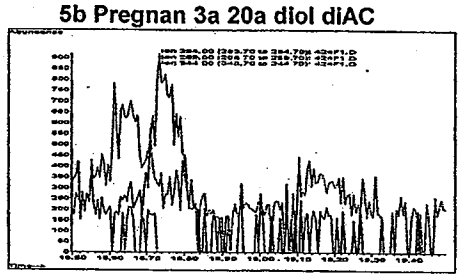
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

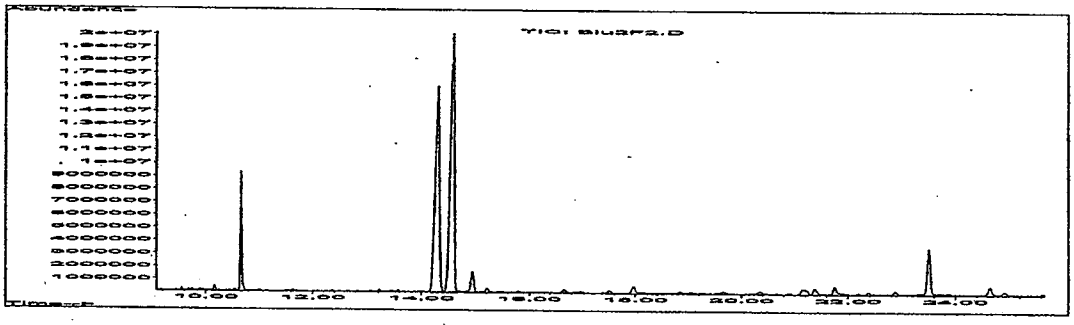


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\Msd22\2007\Avril07\2104\Blu2F2.D

Data File Name Blu2F2.D
Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\2104\
Operator 49
Date Acquired 4/21/2007 18:54
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Blu 2 F2
Vial Number 11
Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	12,406,849
Etiocholanolone AC	14.33	1.343	272	40,718,030
Androsterone AC	14.59	1.368	272	80,919,264
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

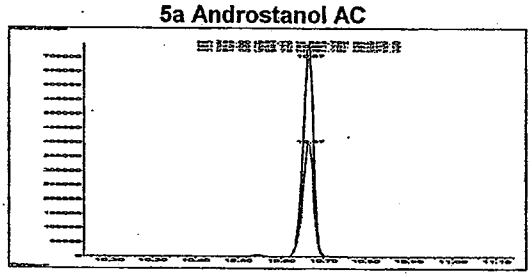
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	13,212,151	106.5
Etiocholanolone AC	257	25,912,067	63.6
Androsterone AC	257	35,148,759	43.4
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

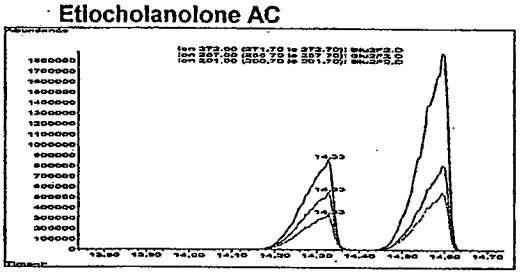
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	7,115,848	57.4
Etiocholanolone AC	201	16,274,516	40.0
Androsterone AC	218	25,379,974	31.4
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

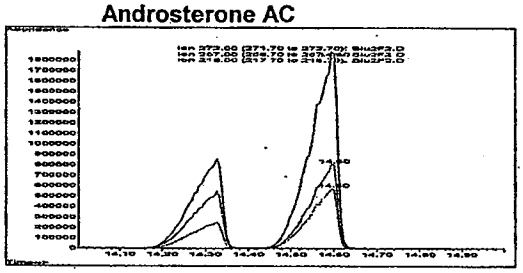
5a Androstanol AC



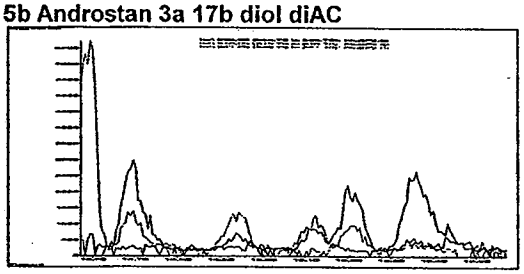
Etiocholanolone AC



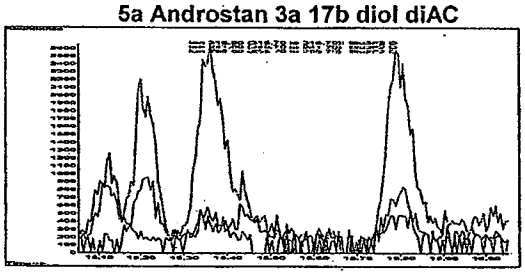
Androsterone AC



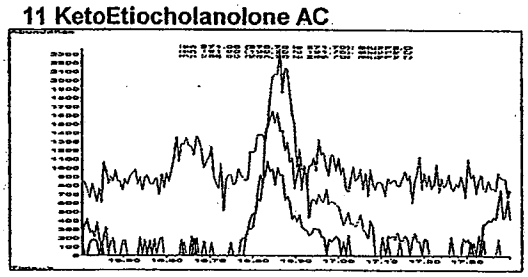
5b Androstan 3a 17b diol diAC



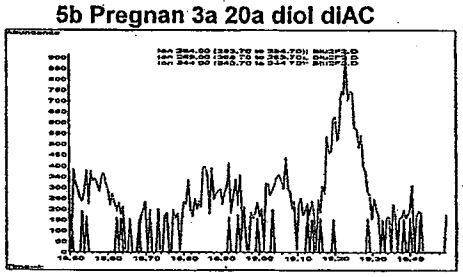
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

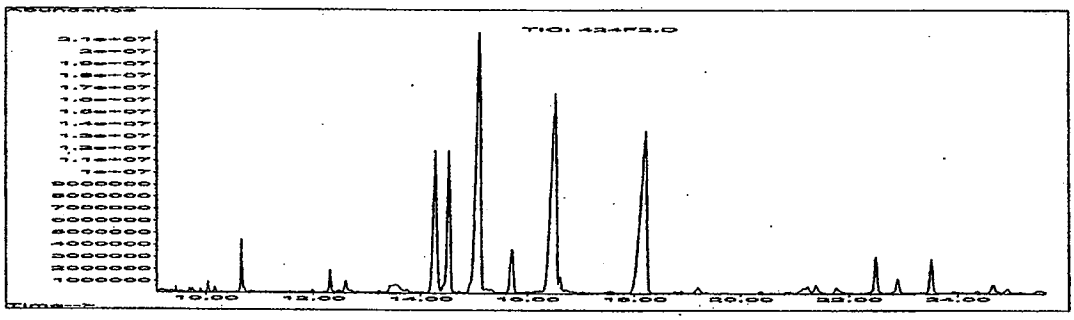


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



leo

Data File Name 424F2.D
Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\2104\
Operator 49
Date Acquired 4/21/2007 19:27
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name A 825424 F2
Vial Number 12
Misc Info A 825424 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	5,399,037
Etiocholanolone AC	14.29	1.341	272	24,255,101
Androsterone AC	14.55	1.365	272	35,424,312
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

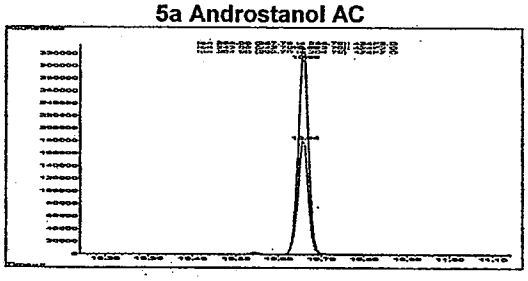
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,792,572	107.3
Etiocholanolone AC	257	15,577,826	64.2
Androsterone AC	257	15,428,802	43.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

M3 signal

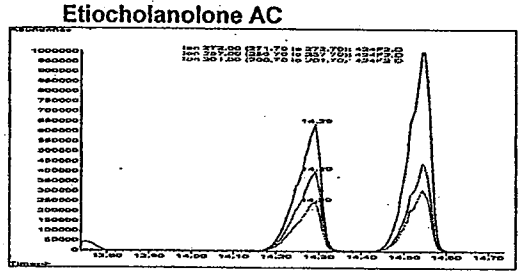
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,123,859	57.9
Etiocholanolone AC	201	10,022,194	41.3
Androsterone AC	218	11,198,121	31.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

41

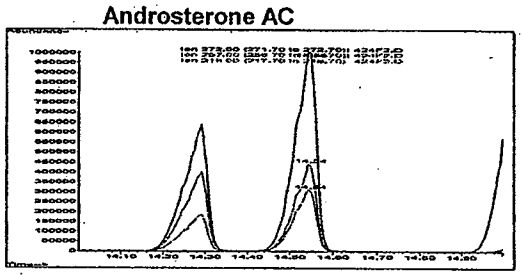
5a Androstanol AC



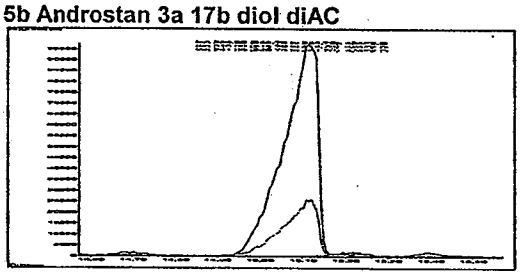
Etiocholanolone AC



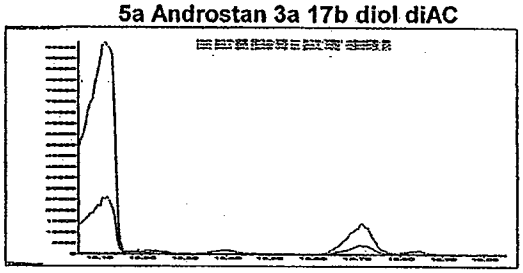
Androsterone AC



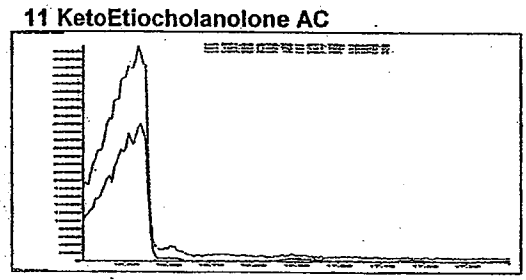
5b Androstan 3a 17b diol diAC



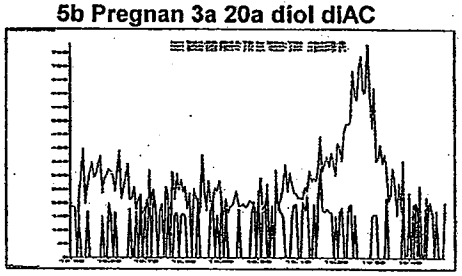
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



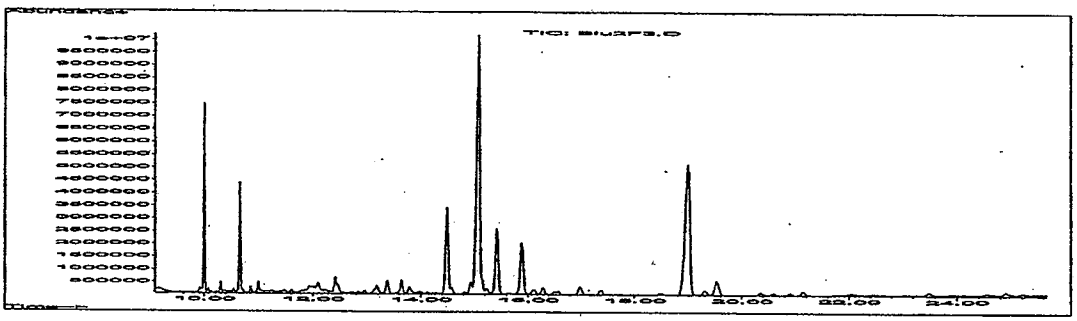
5b Pregnan 3a 20a diol diAC



42

D:\Msd22\2007\Avril07\2104\Blu2F3.D

Data File Name Blu2F3.D
Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\2104\
Operator 49
Date Acquired 4/21/2007 17:50
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Blu 2 F3
Vial Number 9
Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	5,636,454
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.09	1.415	256	20,082,999
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.43	1.447	316	5,669,465
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.00	1.782	284	19,028,667

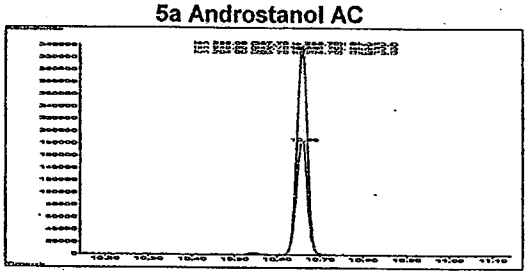
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,851,657	103.8
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	17,547,744	87.4
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	3,622,254	63.9
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	10,850,066	57.0

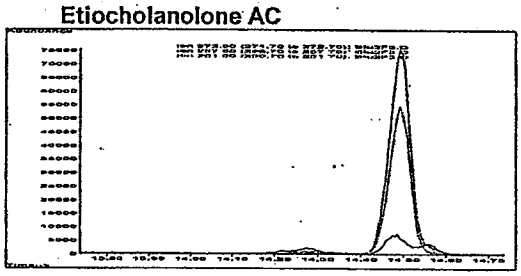
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,195,190	56.7
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	15,663,992	78.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	3,000,866	52.9
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	5,205,156	27.4

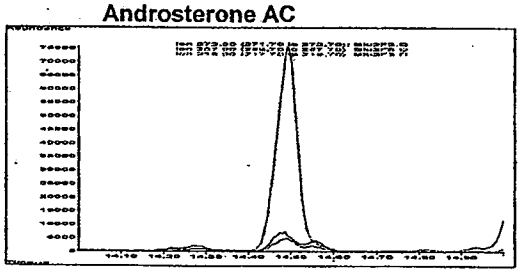
5a Androstanol AC



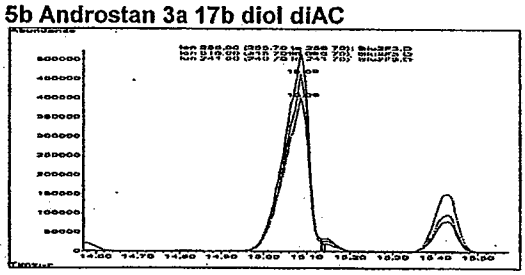
Etiocholanolone AC



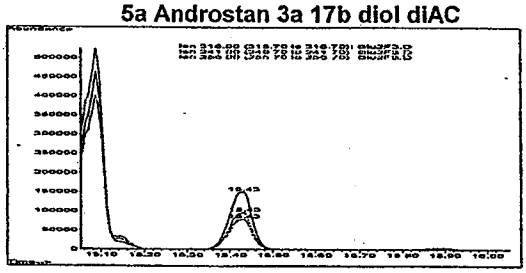
Androsterone AC



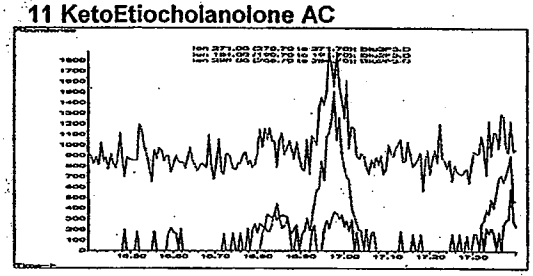
5b Androstan 3a 17b diol diAC



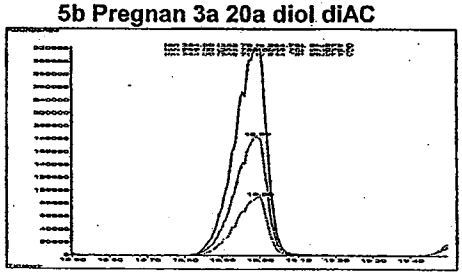
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

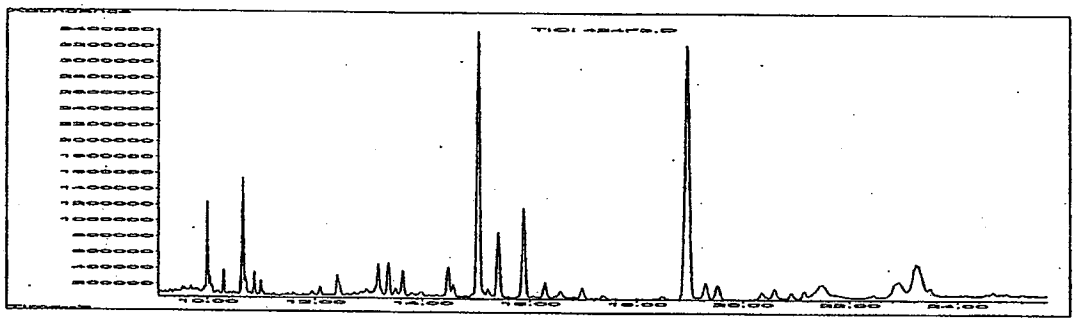


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\Msd22\2007\Avril07\2104\424F3.D

Data File Name 424F3.D
Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\2104\
Operator 49
Date Acquired 4/21/2007 18:22
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name A 825424 F3
Vial Number 10
Misc Info A 825424 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	1,831,698
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.04	1.411	256	5,734,191
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.41	1.446	316	1,832,298
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	18.96	1.779	284	11,115,537

M2 signal

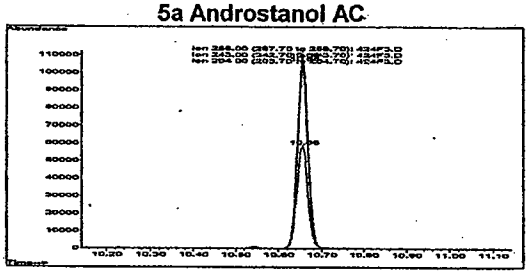
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	1,939,869	105.9
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	4,933,466	86.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	1,201,104	65.6
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	6,338,092	57.0

M3 signal

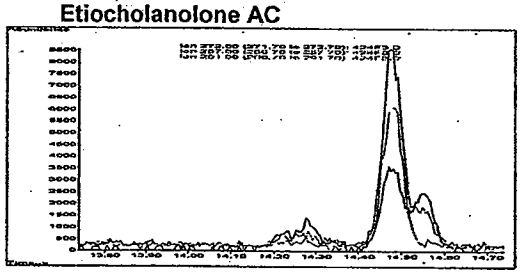
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,066,000	58.2
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	4,569,106	79.7
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	964,906	52.7
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	3,042,178	27.4

D:\Msd22\2007\Avril07\2104\424F3.D

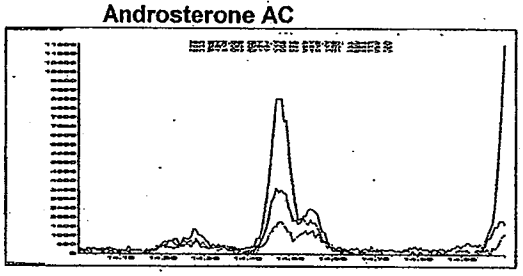
5a Androstanol AC



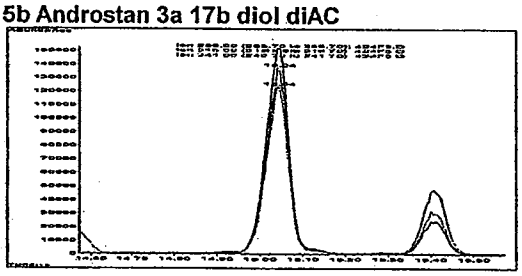
Etiocholanolone AC



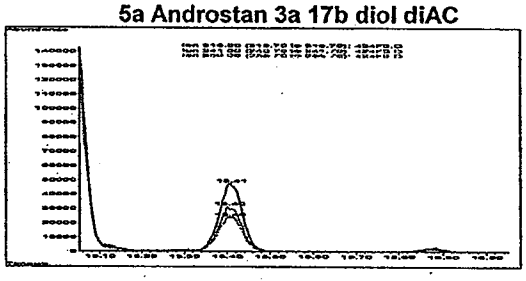
Androsterone AC



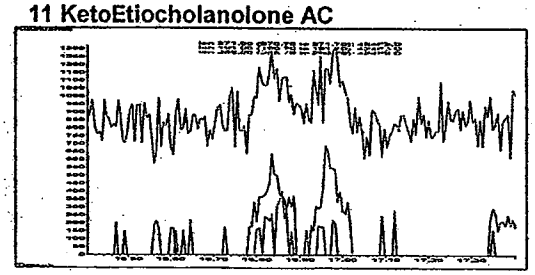
5b Androstan 3a 17b diol diAC



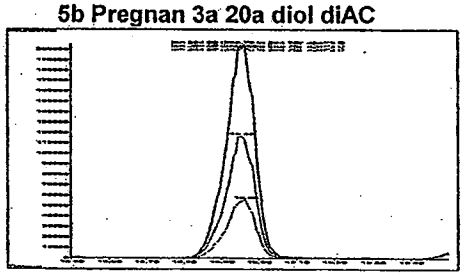
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

4/22/2007 12:05 PM

HC

afld Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11C Version : A Date : 21/03/2007 1/1

VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM EN VUE D'UNE CONFIRMATION IRMS

Appareil : MSD 5975 Date : 30/04/07

1 - Source d'ionisation et étanchéité du système

		Oui	Non	Code op
MSD	Ion 69 ou 219 majoritaire	X		49
	Abondance de l'ion 502 > 3%	X		49
	18/69 (H2O), 28/69(N2), 32/69(O2), 44/69 (CO2) < 10%	X		49

Observations :

2- Conformité du Mix

	Fichier	Oui	Non	Code op.
Mix	30 04 Mix Ac 01	X		49
Mix	30 04 Mix Ac 05	X		49
Mix				
Mix				
Mix				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				

Observations éventuelles du responsable :

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

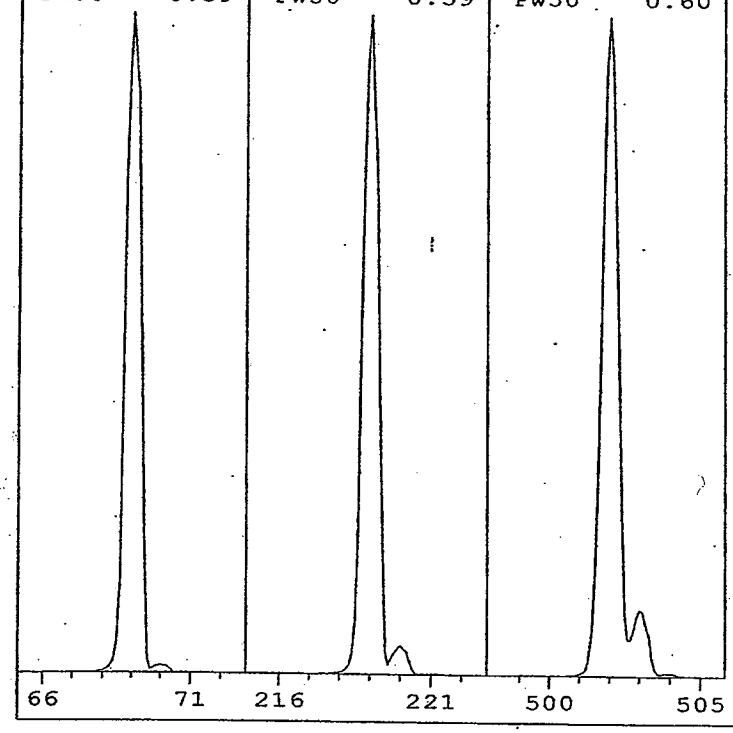
47

5973 Autotune

Sat Apr 21 10:04:05 2007
C:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

Instrument: MSD22

Mass	69.00	Mass	219.00	Mass	502.00
Ab	431086	Ab	340674	Ab	41322
Pw50	0.59	Pw50	0.59	Pw50	0.60

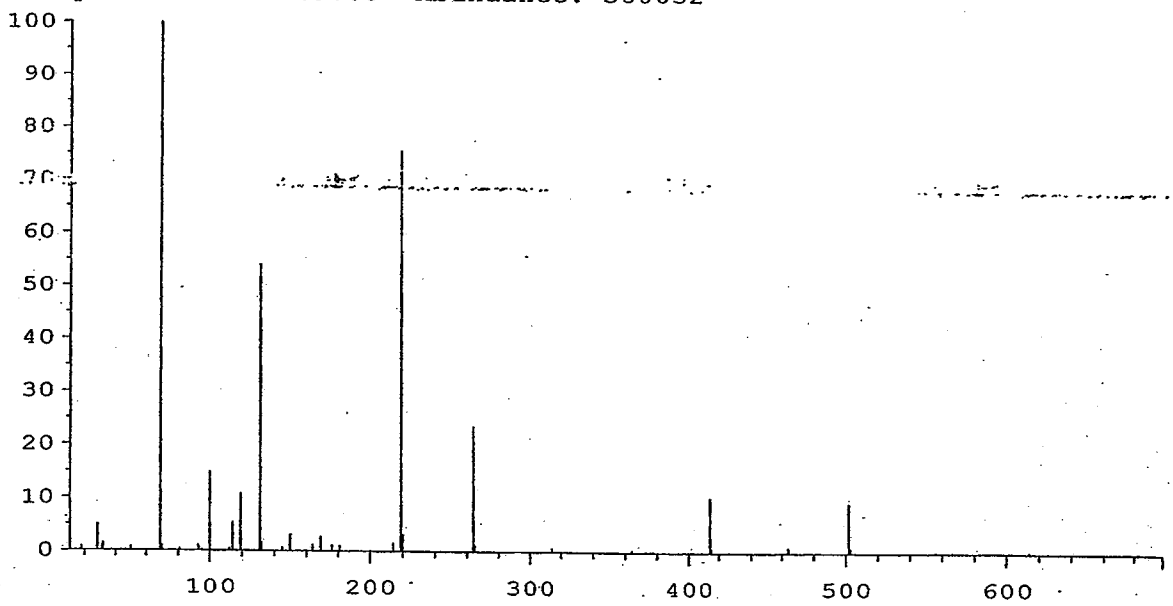


Ion Pol	POS	MassGain	267
		MassOffs	-10
Emission	34.6	AmuGain	2187
ElEnrgy	69.9	AmuOffs	130
Filament	1	Wid219	-0.042
		DC Pol	NEG
Repeller	27.44		
IonFcus	90.2	HEDEnab	ON
EntLens	14.0	EMVolts	2188
EntOffs	19.07		
		Samples	8
PFTBA	OPEN	Averages	3
		Stepsize	0.10

Zones:

MS Source	230	Foreline	101
MS Quad	150		

Scan: 10.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10
119 peaks Base: 69.00 Abundance: 388032



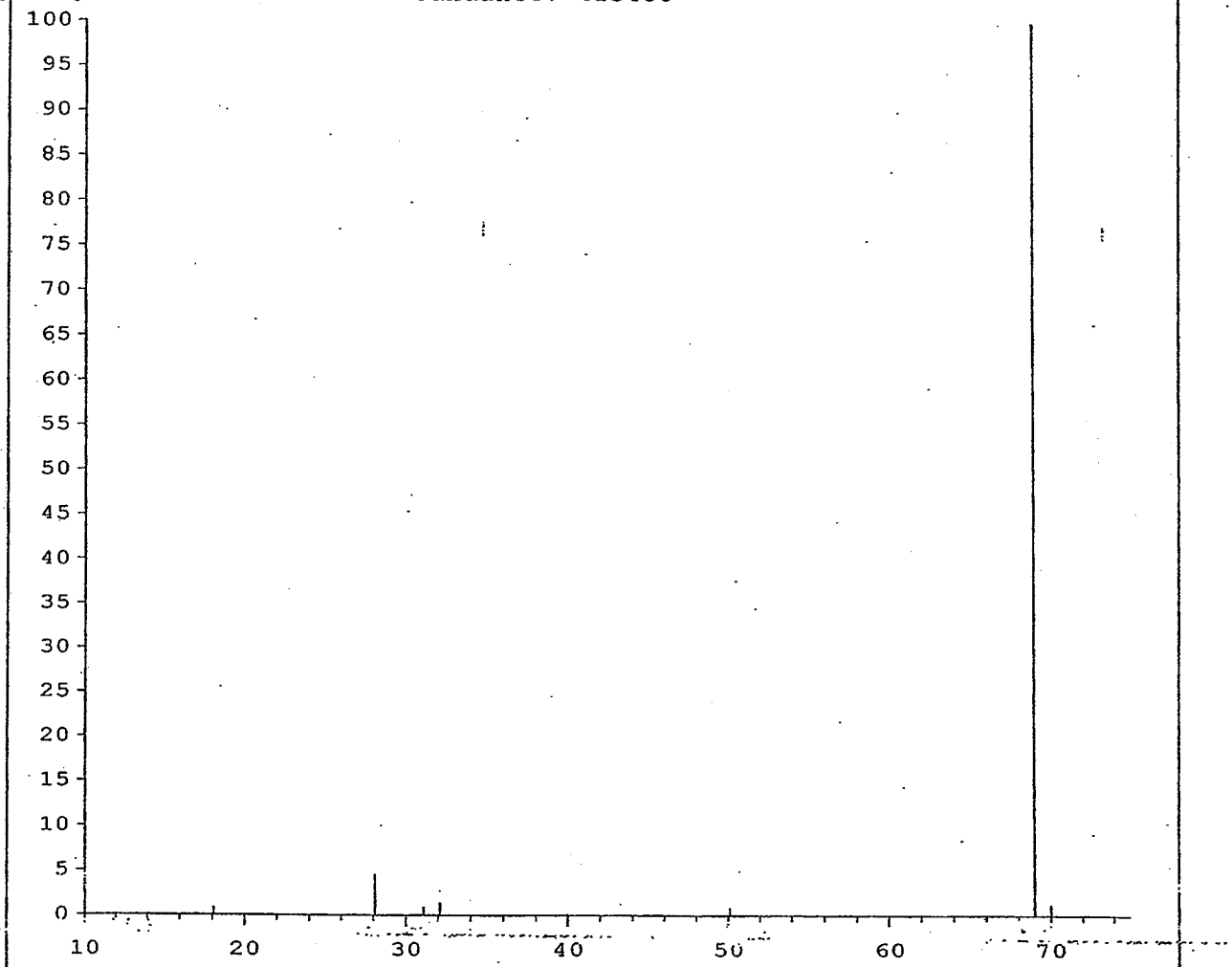
Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	388032	100.00	70.00	4379	1.13
219.00	293504	75.64	220.00	12819	4.37
502.00	36424	9.39	503.00	3942	10.82

48

5973 Air and Water Check

Instrument: MSD22
Sat Apr 21 10:14:59 2007 C:\MSDCHEM\1\5973N\

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10
68 peaks Base: 69.00 Abundance: 423680



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	423680	100.00	70.00	5078	1.20
18.10	3603	0.85	19.10	57	1.58
28.10	19272	4.55	29.10	197	1.02

Current Params used: ATUNE.U

Relative abundances:

18/69 =	0.85	Water%
28/69 =	4.55	Nitrogen%
32/69 =	1.41	Oxygen%
44/69 =	0.09	Carbon Dioxide%
28/18 =	534.89	Nitrogen/Water%

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-09 Version : B Date : 20/09/2006 1/3

FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS

Echantillon : A 825424

Tolérances fixées par l'AMA (document : WADA Technical Document - TD2003IDCR)

Tolérances sur le tr et le trr : +/-1% ou +/- 0,2 min (prendre la plus faible des deux)

Pour les abondances relatives > 50% il est admis +/- 10% (en absolu) de variation
25 <ab< 50% +/- 20% (en relatif)
< 25% +/- 5% (en absolu)

COPIE CERTIFIÉE CONFORME DES DONNÉES ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Calcul des abondances en : Tabulation: [] Surface: [X] Hauteur: []

Standard Interne:

	Mix	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Tr (min)	10,66	10,66	10,66	10,66
Fichier	2104MixAc02	424F1	424F2	424F3

Substance caractérisée : 11 Kétoétiocholanolone AC Fichier : 424F1

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	16,94	1,589	100	86,3	59,4	16,89	1,585	100	89,3	60,3
Tolérance basse	16,77	1,573		76,3	49,4					
Tolérance haute	17,11	1,605		96,3	69,4					

Concordance des Tr :	oui	X	non	
Concordance des Trr :	oui	X	non	
Concordance globale des abondances relatives :	oui	X	non	

Substance caractérisée : Etiocholanolone AC Fichier : 424F2

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,27	1,339	100	65,3	40,4	14,29	1,341	100	64,2	41,3
Tolérance basse	14,13	1,326		55,3	32,3					
Tolérance haute	14,41	1,352		75,3	48,5					

Concordance des Tr :	oui	X	non	
Concordance des Trr :	oui	X	non	
Concordance globale des abondances relatives :	oui	X	non	

FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS

Substance caractérisée : Androstérone AC Fichier : 424F2

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,53	1,363	100	43,9	31,2	14,55	1,365	100	43,6	31,6
Tolérance basse	14,38	1,349		35,1	25,0					
Tolérance haute	14,68	1,377		52,7	37,4					

Concordance des Tr :	oui	X	non	
Concordance des Trr :	oui	X	non	
Concordance globale des abondances relatives :	oui	X	non	

COPIE CERTIFIÉE CONFORME DES DONNÉES ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Substance caractérisée : 5b Androstane-3a,17b-diol diAC Fichier : 424F3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15,08	1,414	100	90,9	78,1	15,04	1,411	100	86,0	79,7
Tolérance basse	14,93	1,400		80,9	68,1					
Tolérance haute	15,23	1,428		100,9	88,1					

Concordance des Tr :	oui	X	non	
Concordance des Trr :	oui	X	non	
Concordance globale des abondances relatives :	oui	X	non	

Substance caractérisée : 5a Androstane-3a,17b-diol diAC Fichier : 424F3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15,46	1,450	100	60,0	50,3	15,41	1,446	100	65,6	52,7
Tolérance basse	15,31	1,436		50,0	40,3					
Tolérance haute	15,61	1,465		70,0	60,3					

Concordance des Tr :	oui	X	non	
Concordance des Trr :	oui	X	non	
Concordance globale des abondances relatives :	oui	X	non	

Substance caractérisée : 5b Prégnane-3a,20a-diol diAC Fichier : 424F3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	19,00	1,782	100	56,9	26,7	18,96	1,779	100	57,0	27,4
Tolérance basse	18,81	1,764		46,9	21,4					
Tolérance haute	19,19	1,800		66,9	32,0					

Concordance des Tr :	oui	X	non	
Concordance des Trr :	oui	X	non	
Concordance globale des abondances relatives :	oui	X	non	

51

FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS

Substance caractérisée : Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
			100					100		
Tolérance basse										
Tolérance haute										

Concordance des Tr : oui [] non []
Concordance des Trr : oui [] non []
Concordance globale des abondances relatives : oui [] non []

COPIE CERTIFIÉE CONFORME DES DONNÉES ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Substance caractérisée : Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
			100					100		
Tolérance basse										
Tolérance haute										

Concordance des Tr : oui [] non []
Concordance des Trr : oui [] non []
Concordance globale des abondances relatives : oui [] non []

Paraphe et code opérateur : 49

Partie à remplir par le responsable :

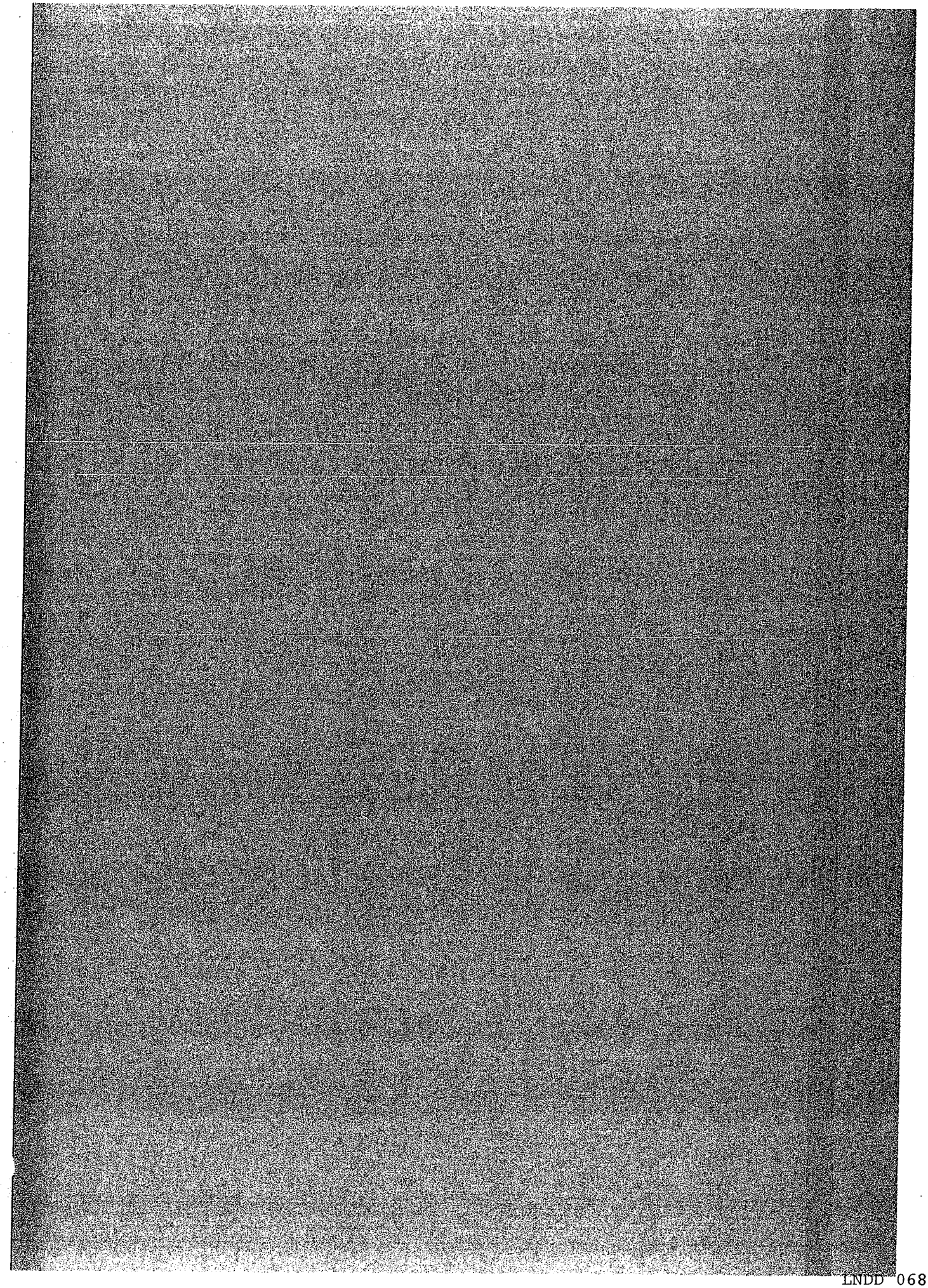
Caractérisation formelle de tous les analytes : oui [X] non []

Paraphe et code opérateur : 10 CB Date: 23/04/07

Observations : Interférence sur le SI (5α androstanol hc) de la fraction 42AF1

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation de l'échantillon

52



LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 1 / 2

MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI

COLONNE

Type:	DB17-MS JW Scien 122.4732
Longueur:	30m
Diamètre interne:	0.25mm
Epaisseur du film:	0.25µm

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

INJECTION

Mode:	Splitless (insert splitless)
Température injecteur:	280°C
Volume injecté:	1µl-4µl
Solvants de rinçage ALS:	Solvant A: Acétonitrile Solvant B: Hexane

APPLICABLE le
28 OCT. 2005

CONDITIONS GC

Température initiale:	70°C pendant 1 min
Gradient de température:	70-->271°C à 30°C/min 271°C-->281°C à 0.6°C/min 281°C pendant 3 min 281-->300°C à 5°C/min
Température finale:	300°C pendant 5 min
Temps d'analyse:	45 min
Pression constante:	Ajuster le SI à environ 870s

INTERFACE

Piège à eau:	-100°C
Ligne de transfert:	350°C
Four à combustion:	850°C

CONFIDENTIEL

CONDITIONS SM

Mode d'acquisition:	ions 44, 45 et 46
Programmation de l'acquisition:	Temps d'acquiqition total:2580s à 100s RG open à 130s RG close à 160s RG open à 190s RG close à 220s RG open à 250s RG close à 750s HS close à 2000s HS open à 2400s RG open à 2430s RG close à 2460s RG open à 2490s RG close à 2510s RG open à 2540s RG close

53

MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélie LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	28/10/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	27/05/2002
A	Acceptation du projet après conversion du tr du SI en seconde, création de la version A	14/10/2002
B	Révision biennale	28/10/2005

CONFIDENTIEL

afld Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : **E-INFO** Version : **D** Date : 05/10/2006 1/1
COMPLEMENT TRANSITOIRE D'UN DOCUMENT QUALITE		

Cet enregistrement n'est à utiliser que si la modification est URGENTE et majeure et/ou conséquente et/ou applicable à plusieurs documents

Référence(s) du(des document(s) qualité concerné(s) : n-AN-41 (Vers. B)

Durée d'application de la modification:

☐ TEMPORAIRE, **date de début d'application :**..... **date de fin d'application:**

☒ DEFINITIVE (modification à apporter dans la prochaine version du(des)doc.concerné(s))

date de début d'application:...15/01/07

Modification apportée : CONFIDENTIEL

- Pour analyser la Testostérone seule, modification des conditions SN au niveau de la programmation de l'acquisition (n-AN41B pour l'instrument) :

100	RG open	2430	RG close
130	RG close	2460	RG open
160	RG open	2490	RG close
190	RG close	2510	RG open
220	RG open		
250	RG close		
750	HS close		
1150	HS open		
1300	HS close		
2000	HS open		

ASSURANCE QUALITÉ
afld
Département des Analyses

VISA DU RESPONSABLE TECHNIQUE:

Identification par un NUMERO.95
et validation de cet enregistrement par l'Assurance Qualité (tampon)

L'original de cet enregistrement est à archiver vivant à l'Assurance Qualité

LNDD 0692

Masslynx - Sample List

Sample List: C:\MassLynx Projects\controle2007.PRO\SampleDB\2204.spl
Printed: Sun Apr 22 13:56:52 2007

Page Position: (1, 1)

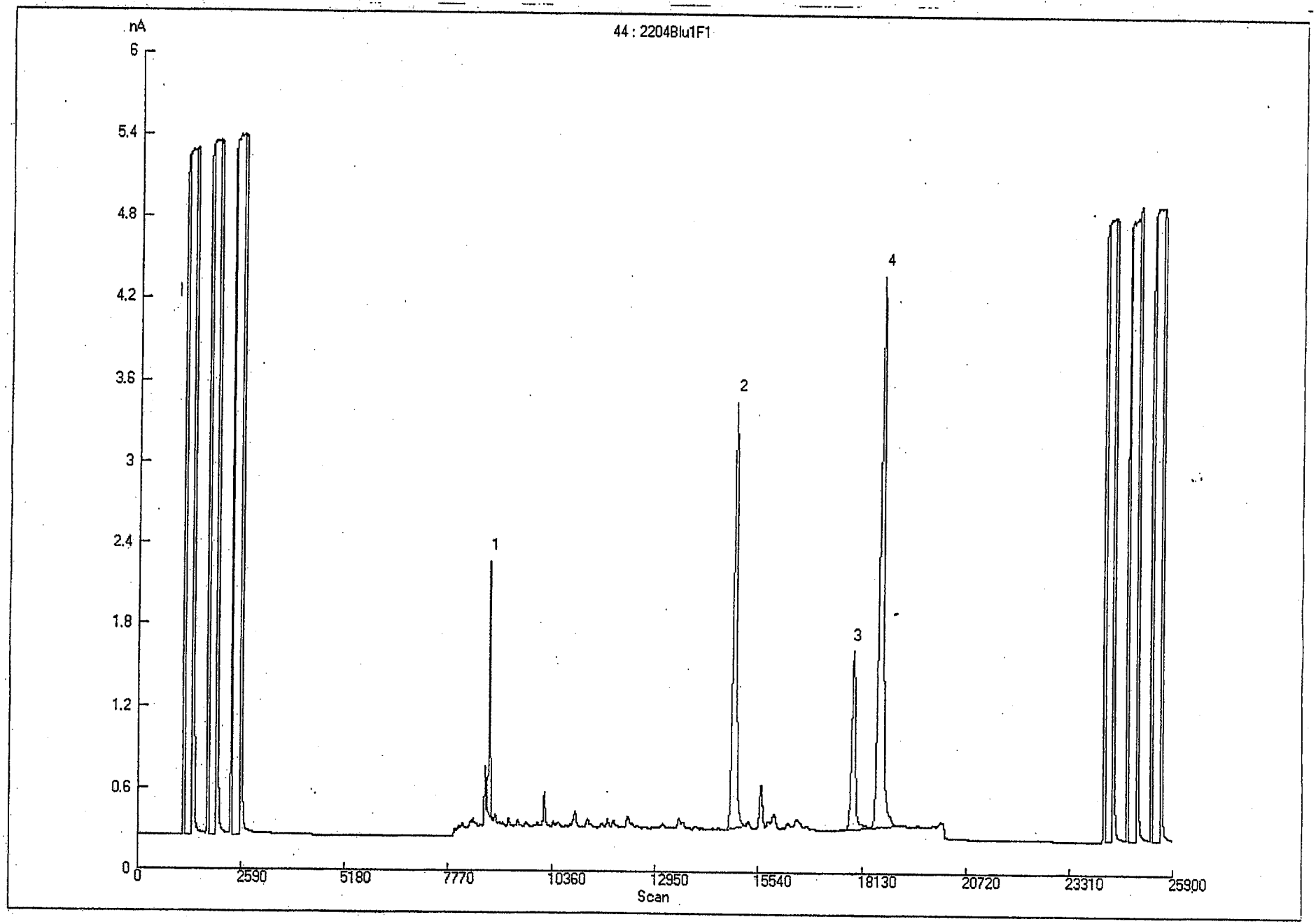
	File Name	File Text	MS File	Inlet File	Bottle	Inject Volume	Process	Process Options
1	2204stabilite1	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	---
2	2204stabilite2	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	---
3	2204stabilite3	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	---
4	2204MixCalIRMS01	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	---
5	2204MixCalIRMS02	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	---
6	2204MixCalIRMS03	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	---
7	2204MixCalAcetate01	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	---
8	2204Blu1F3	Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3/35uL	M-AN41	M-AN41	3	30.000	IsoPrimeDP	---
9	2204424F3	A 825424 Fraction 3/15uL	M-AN41	M-AN41	4	30.000	IsoPrimeDP	---
10	2204Blu1F2	Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2/750uL	M-AN41	M-AN41	5	20.000	IsoPrimeDP	---
11	2204424F2	A 825424 Fraction 2/450uL	M-AN41	M-AN41	6	30.000	IsoPrimeDP	---
12	2204Blu1F1	Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1/80uL	M-AN41	M-AN41	7	20.000	IsoPrimeDP	---
13	2204424F1	A 825424 Fraction 1/45uL	M-AN41	M-AN41	8	20.000	IsoPrimeDP	---
14	2204MixCalAcetate02	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	---

Séquence vérifiée par : ...49...

Remarques :

.....

LNDD 0693


nA
44 : 2204Blu1F1
6
5.4
4.8
4.2
3.6
3
2.4
1.8
1.2
0.6
0
1
2
3
4
0
2590
5180
7770
10360
12950
15540
18130
20720
23310
25900
Scan

LNDD 0694

Stable Isotope
CF Analysis Results

File: 2204Blu1F1.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 2204.spl
Line: 12
MS file: M-AN41
Inlet: GC-combustion
Inlet file: M-AN41
Sample ID:
Description: Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1/80uL

Acquistion Date: 22/4/07 17:44
Weight: 0.00
Injection Volume: 20
Bottle:
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard

Species: CO2 by CF (uncalibrated)
Gas: CO2 Uncalibrated CO2
Ratio type: Elemental
Deconvolution: Craig

	Elemental delta Label:	Value:	Molecular delta Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06	PDB

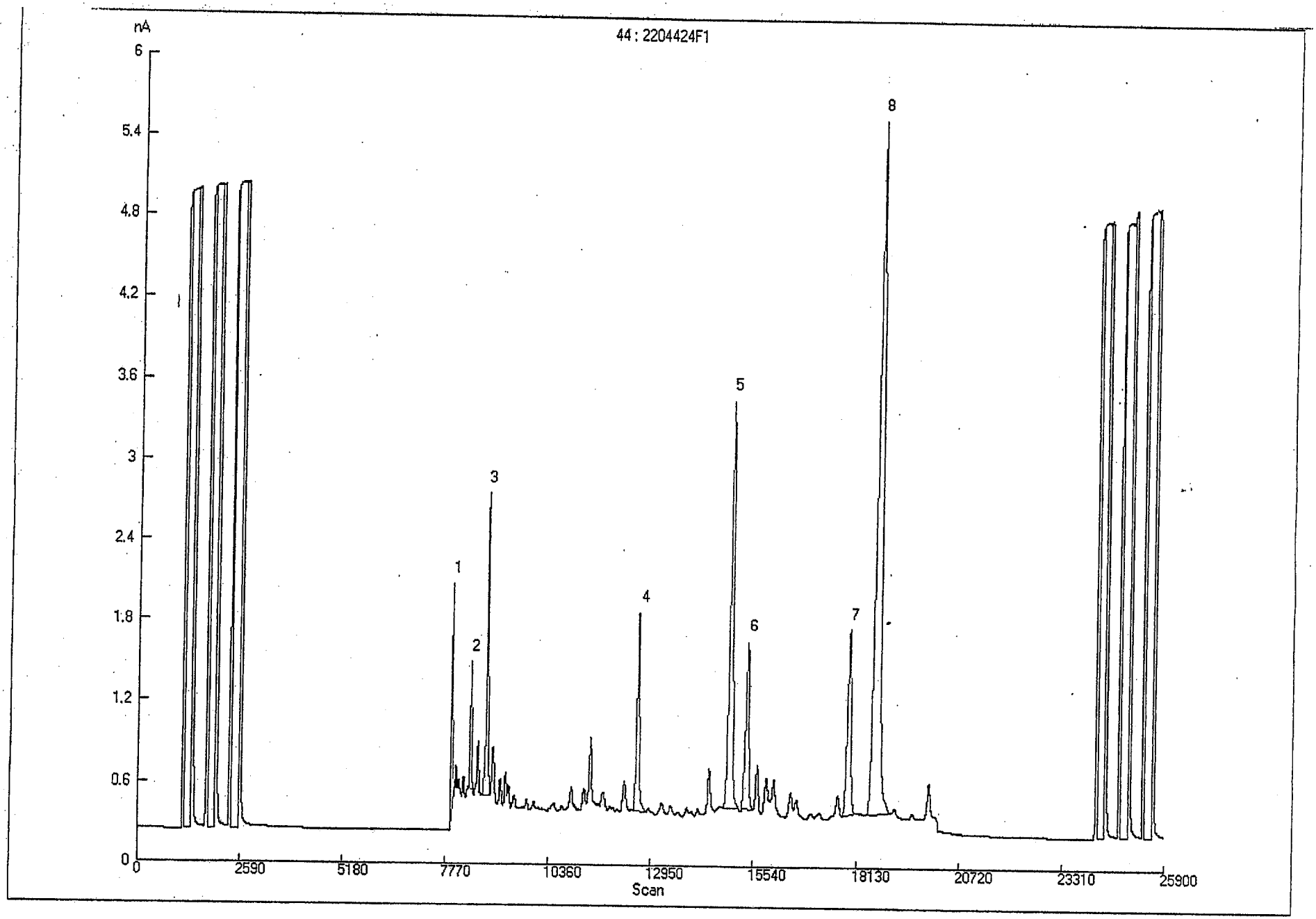
Corrections

Equilibrium correction: None

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.02	127.6	1.1680E-02	3.8077E-03
2	5.08	187.5	1.1680E-02	3.8063E-03
3	5.13	247.5	1.1680E-02	3.8057E-03
8	4.57	2427.3	1.1679E-02	3.8082E-03
9	4.57	2487.2	1.1679E-02	3.8086E-03
10	4.66	2547.2	1.1679E-02	3.8090E-03
		Mean:	1.1680E-02	3.8076E-03
		Std Dev of fit (‰):	0.03	0.20

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	687.3	1.87	8.1771E-09	1.1731E-02	4.34	-30.90	3.7001E-03	-28.13	-47.61	-18.21
2	4,496.2	3.13	3.2992E-08	1.1800E-02	10.31	-24.73	3.7003E-03	-28.22	-47.71	-18.32
3	1791.8	1.30	1.4215E-08	1.1789E-02	9.41	-25.66	3.6999E-03	-28.37	-47.85	-18.47
4	1863.0	4.05	5.1190E-08	1.1800E-02	10.29	-24.74	3.6990E-03	-28.64	-48.12	-18.74


44 : 2204424F1
nA
6
5.4
4.8
4.2
3.6
3
2.4
1.8
1.2
0.6
0
1
2
3
4
5
6
7
8
0
2590
5180
7770
10360
12950
15540
18130
20720
23310
25900
Scan

IND 0696

Stable Isotope
CF Analysis Results

File: 2204424F1.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 2204.spl
Line: 13
MS file: M-AN41
Inlet: GC-combustion
Inlet file: M-AN41
Sample ID:
Description: A 825424 Fraction 1/45uL

Acquistion Date: 22/4/07 18:29
Weight: 0.00
Injection Volume: 20
Bottle:
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard

Species: CO2 by CF (uncalibrated)
Gas: CO2 Uncalibrated CO2
Ratio type: Elemental
Deconvolution: Craig

	Elemental delta Label:	Value:	Molecular delta Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06	PDB

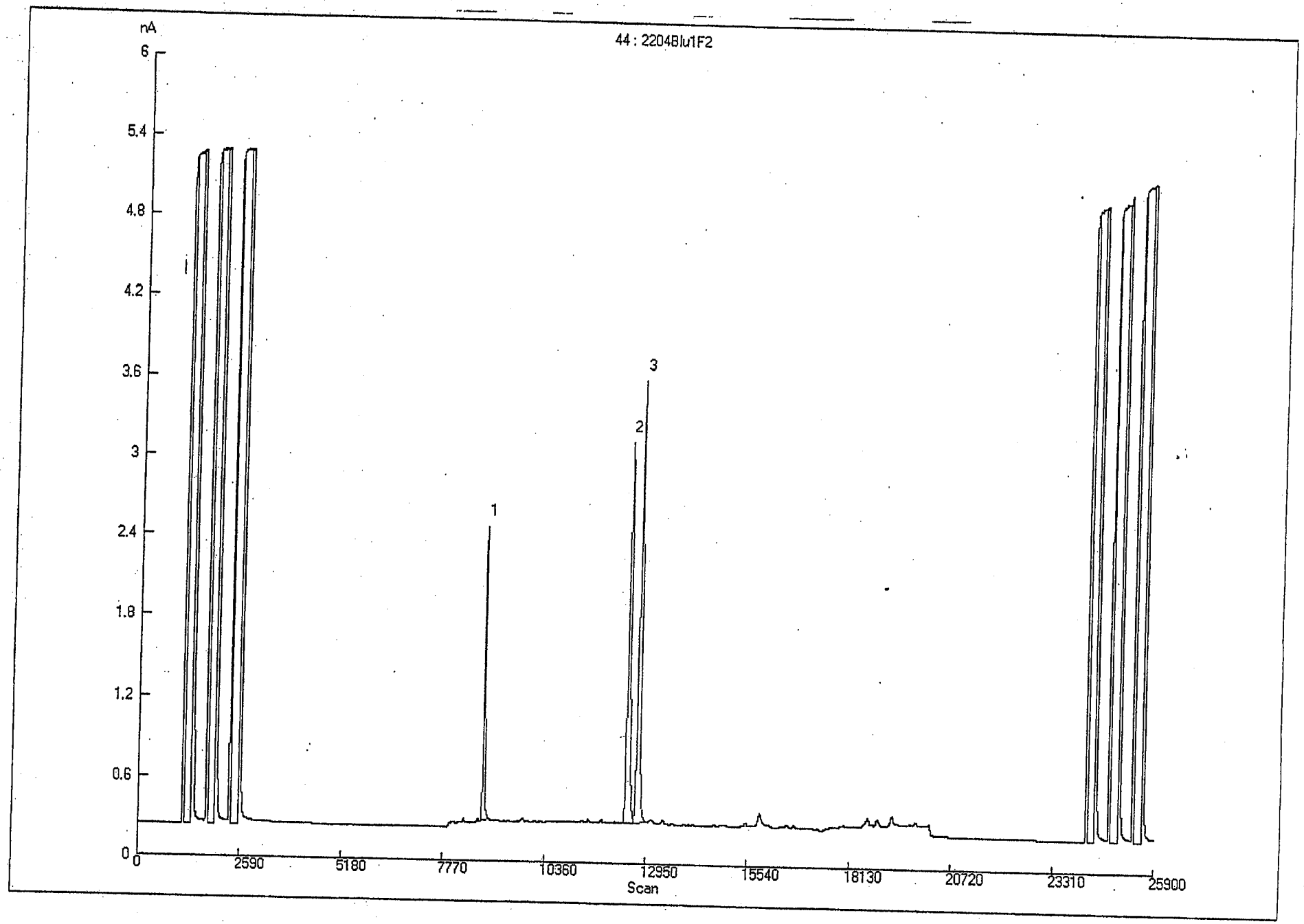
Corrections

Equilibrium correction: None

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.72	127.4	1.1679E-02	3.8086E-03
2	4.76	187.2	1.1679E-02	3.8077E-03
3	4.78	247.2	1.1679E-02	3.8068E-03
12	4.58	2427.3	1.1679E-02	3.8085E-03
13	4.56	2487.2	1.1679E-02	3.8094E-03
14	4.66	2547.2	1.1679E-02	3.8097E-03
		Mean:	1.1679E-02	3.8084E-03
		Std Dev of fit (‰):	0.02	0.21

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	790.8	1.73	6.4840E-09	1.1486E-02	-16.56	-52.41	3.6984E-03	-28.82	-48.23	-18.86
2	839.3	0.94	4.0705E-09	1.1683E-02	0.39	-34.94	3.6978E-03	-28.96	-48.41	-19.05
3	[illegible]	2.24	1.1628E-08	1.1715E-02	3.11	[illegible]	3.6982E-03	-28.87	-48.33	-18.96
4	1261.6	1.46	1.1122E-08	1.1744E-02	5.56	-29.62	3.6987E-03	-28.82	-48.28	-18.91
5	[illegible]	3.03	2.9142E-08	1.1805E-02	10.81	[illegible]	3.6991E-03	-28.74	-48.22	-18.85
6	1537.9	1.23	1.1778E-08	1.1714E-02	3.03	-32.21	3.6979E-03	-29.07	-48.52	-19.16
7	1794.3	1.37	1.4173E-08	1.1793E-02	9.77	-25.25	3.6961E-03	-29.57	-49.03	-19.68
8	1868.2	5.16	7.3720E-08	1.1804E-02	10.69	-24.32	3.6979E-03	-29.13	-48.60	-19.24


nA
44 : 2204Blu1F2
6
5.4
4.8
4.2
3.6
3
2.4
1.8
1.2
0.6
0
1
2
3
0
2590
5180
7770
10360
12950
15540
18130
20720
23310
25900
Scan

LNDD 0698

Stable Isotope
CF Analysis Results

File: 2204Blu1F2.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 2204.spl
Line: 10
MS file: M-AN41
Inlet: GC-combustion
Inlet file: M-AN41
Sample ID:
Description: Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2/750uL

Acquistion Date: 22/4/07 16:14
Weight: 0.00
Injection Volume: 20
Bottle:
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard

Species: CO2 by CF (uncalibrated)
Gas: CO2 Uncalibrated CO2
Ratio type: Elemental
Deconvolution: Craig

	Elemental delta Label:	Value:	Molecular delta Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06	PDB

Corrections

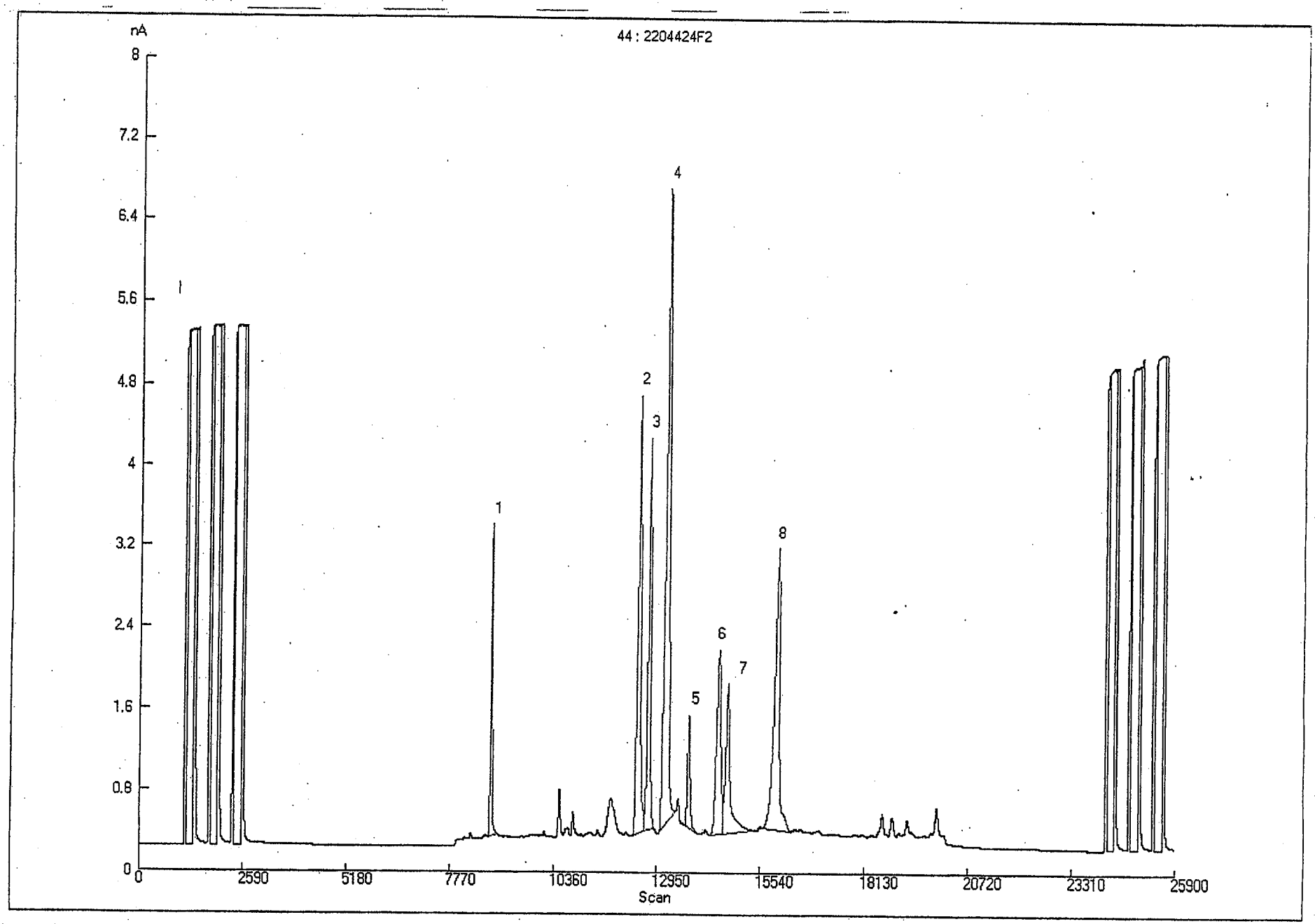
Equilibrium correction: None

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.00	127.6	1.1679E-02	3.8069E-03
2	5.04	187.5	1.1679E-02	3.8065E-03
3	5.04	247.5	1.1680E-02	3.8061E-03
7	4.74	2427.4	1.1680E-02	3.8088E-03
8	4.77	2487.4	1.1680E-02	3.8093E-03
9	4.91	2547.4	1.1680E-02	3.8089E-03
		Mean:	1.1680E-02	3.8077E-03
		Std Dev of fit (‰):	0.01	0.10

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	187.5	2.19	1.0202E-08	1.1735E-02	4.72	-30.49	3.6988E-03	-28.49	-47.96	-18.58
2	1248.0	2.84	2.2503E-08	1.1792E-02	9.65	-25.41	3.6995E-03	-28.40	-47.88	-18.50
3	1275.2	3.30	2.4429E-08	1.1802E-02	10.43	-24.61	3.6998E-03	-28.34	-47.82	-18.44

C2


nA
44 : 2204424F2
8
7.2
6.4
5.6
4.8
4
3.2
2.4
1.6
0.8
0
1
2
3
4
5
6
7
8
0
2590
5180
7770
10360
12950
15540
18130
20720
23310
25900
Scan

C3

LNDD 0700

Stable Isotope
CF Analysis Results

File:	2204424F2.raw	Acquistion Date:	22/4/07 16:59
Project:	controle2007.PRO	Weight:	0.00
Sample list:	2204.spl	Injection Volume:	30
Line:	11	Bottle:	
MS file:	M-AN41	Type:	
Inlet:	GC-combustion	Standard:	
Inlet file:	M-AN41	Slot Number:	JB 251
Sample ID:		Run Index:	
Description:	A 825424 Fraction 2/450uL		

Reference standard

Species: CO2 by CF (uncalibrated)
Gas: CO2 Uncalibrated CO2
Ratio type: Elemental
Deconvolution: Craig

	Elemental delta Label:	Value:	Molecular delta Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06	PDB

Corrections

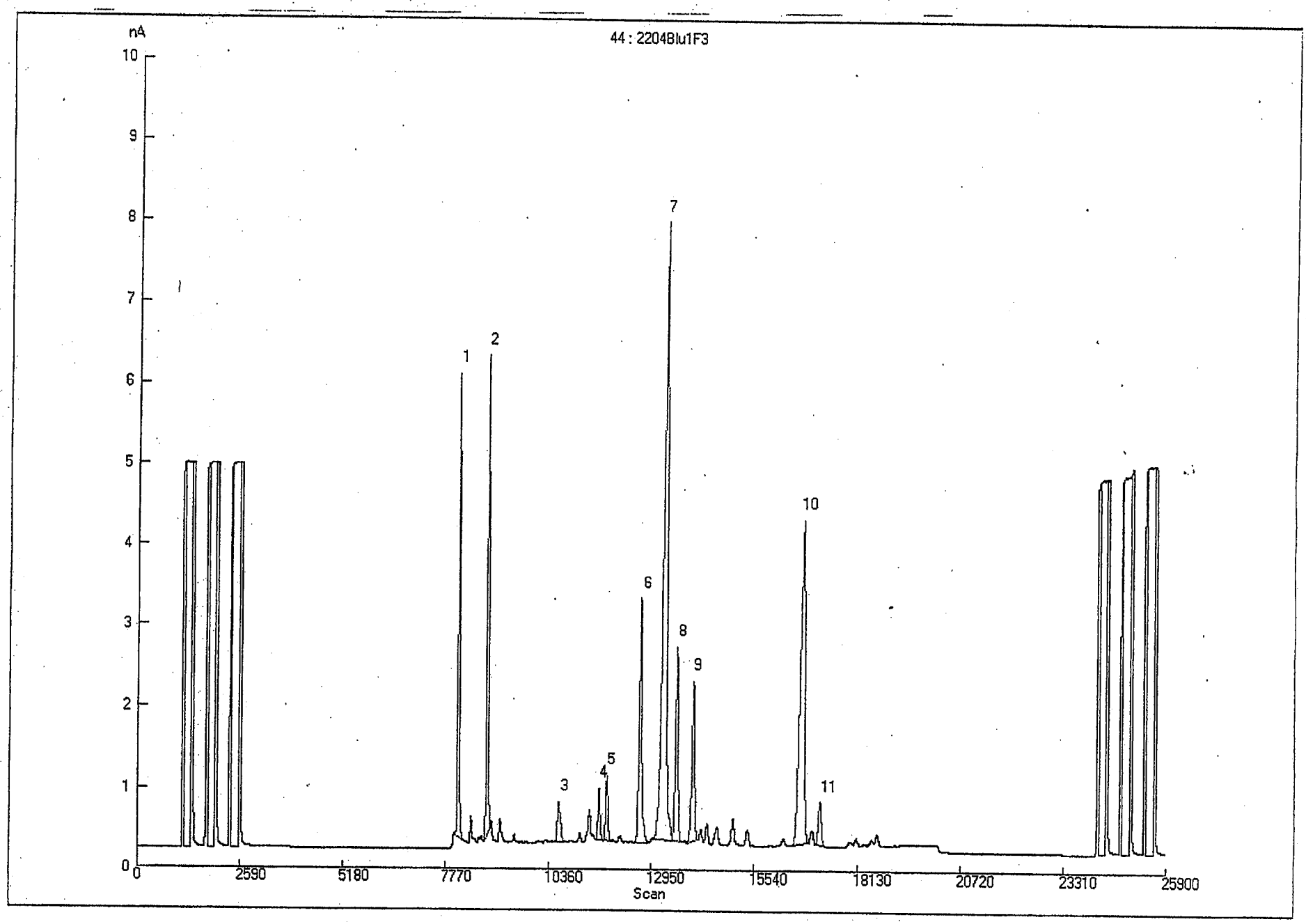
Equilibrium correction: None

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.06	127.6	1.1679E-02	3.8074E-03
2	5.10	187.5	1.1679E-02	3.8066E-03
3	5.10	247.5	1.1680E-02	3.8060E-03
12	4.73	2427.5	1.1680E-02	3.8086E-03
13	4.75	2487.4	1.1680E-02	3.8092E-03
14	4.88	2547.4	1.1680E-02	3.8093E-03
		Mean:	1.1680E-02	3.8078E-03
		Std Dev of fit (‰):	0.03	0.15

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	879.7	3.07	1.4480E-08	1.1734E-02	4.68	-30.55	3.7003E-03	-28.12	-47.59	-18.20
2	1249.8	4.31	3.8216E-08	1.1791E-02	9.56	-25.50	3.6983E-03	-28.75	-48.22	-18.85
3	1275.7	3.84	2.9100E-08	1.1799E-02	10.23	-24.79	3.6976E-03	-28.93	-48.40	-19.03
4	1321.7	6.17	6.7354E-08	1.1700E-02	1.77	-33.52	3.6974E-03	-28.99	-48.45	-19.08
5	1375.8	1.11	8.5805E-09	1.1718E-02	3.24	-31.99	3.6964E-03	-29.27	-48.72	-19.36
6	1450.9	1.81	2.2992E-08	1.1761E-02	6.92	-28.19	3.6949E-03	-29.67	-49.12	-19.78
7	1473.2	1.46	1.9086E-08	1.1764E-02	7.22	-27.88	3.6957E-03	-29.49	-48.94	-19.59
8	1597.8	2.77	4.0908E-08	1.1747E-02	5.72	-29.43	3.6964E-03	-29.33	-48.79	-19.43

64


nA
44 : 2204Blu1F3
10
9
8
7
6
5
4
3
2
1
0
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
0
2590
5180
7770
10360
12950
15540
18130
20720
23310
25900
Scan

G5

LNDD 0702

Stable Isotope
CF Analysis Results

File: 2204Blu1F3.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 2204.spl
Line: 8
MS file: M-AN41
Inlet: GC-combustion
Inlet file: M-AN41
Sample ID:
Description: Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3/35uL

Acquistion Date: 22/4/07 14:43
Weight: 0.00
Injection Volume: 30
Bottle:
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard

Species: CO2 by CF (uncalibrated)
Gas: CO2 Uncalibrated CO2
Ratio type: Elemental
Deconvolution: Craig

	Elemental delta Label:	Value:	Molecular delta Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06	PDB

Corrections

Equilibrium correction: None

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.76	127.4	1.1679E-02	3.8077E-03
2	4.75	187.2	1.1679E-02	3.8076E-03
3	4.75	247.2	1.1679E-02	3.8069E-03
15	4.63	2427.3	1.1680E-02	3.8091E-03
16	4.68	2487.3	1.1680E-02	3.8087E-03
17	4.80	2547.3	1.1680E-02	3.8090E-03
		Mean:	1.1680E-02	3.8082E-03
		Std Dev of fit (‰):	0.02	0.10

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	808.1	5.72	2.5081E-08	1.1793E-02	9.74	-25.33	3.7004E-03	-28.20	-47.68	-18.29
2	[illegible]	5.91	2.8108E-08	1.1734E-02	4.67	[illegible]	3.6995E-03	-28.47	-47.94	-18.56
3	1060.3	0.51	4.7023E-09	1.1760E-02	6.86	-28.29	3.7001E-03	-28.34	-47.82	-18.44
4	1163.0	0.64	4.0757E-09	1.1813E-02	11.39	-23.59	3.6969E-03	-28.18	-48.65	-19.29
5	1182.8	0.81	5.2042E-09	1.1745E-02	5.59	-29.57	3.6970E-03	-29.17	-48.63	-19.27
6	1267.6	3.01	2.3332E-08	1.1765E-02	7.27	-27.84	3.6970E-03	-29.18	-48.64	-19.28
7	[illegible]	7.62	8.4652E-08	1.1770E-02	7.72	[illegible]	3.6973E-03	-29.11	-48.57	-19.21
8	[illegible]	2.39	1.7609E-08	1.1761E-02	6.94	[illegible]	3.6971E-03	-29.17	-48.63	-19.27
9	1401.2	1.96	1.5495E-08	1.1771E-02	7.79	-27.30	3.6964E-03	-29.35	-48.81	-19.46
10	[illegible]	4.00	5.1775E-08	1.1778E-02	8.42	[illegible]	3.6987E-03	-28.80	-48.27	-18.90
11	1719.6	0.54	4.9370E-09	1.1791E-02	9.54	-25.52	3.6988E-03	-28.79	-48.26	-18.89

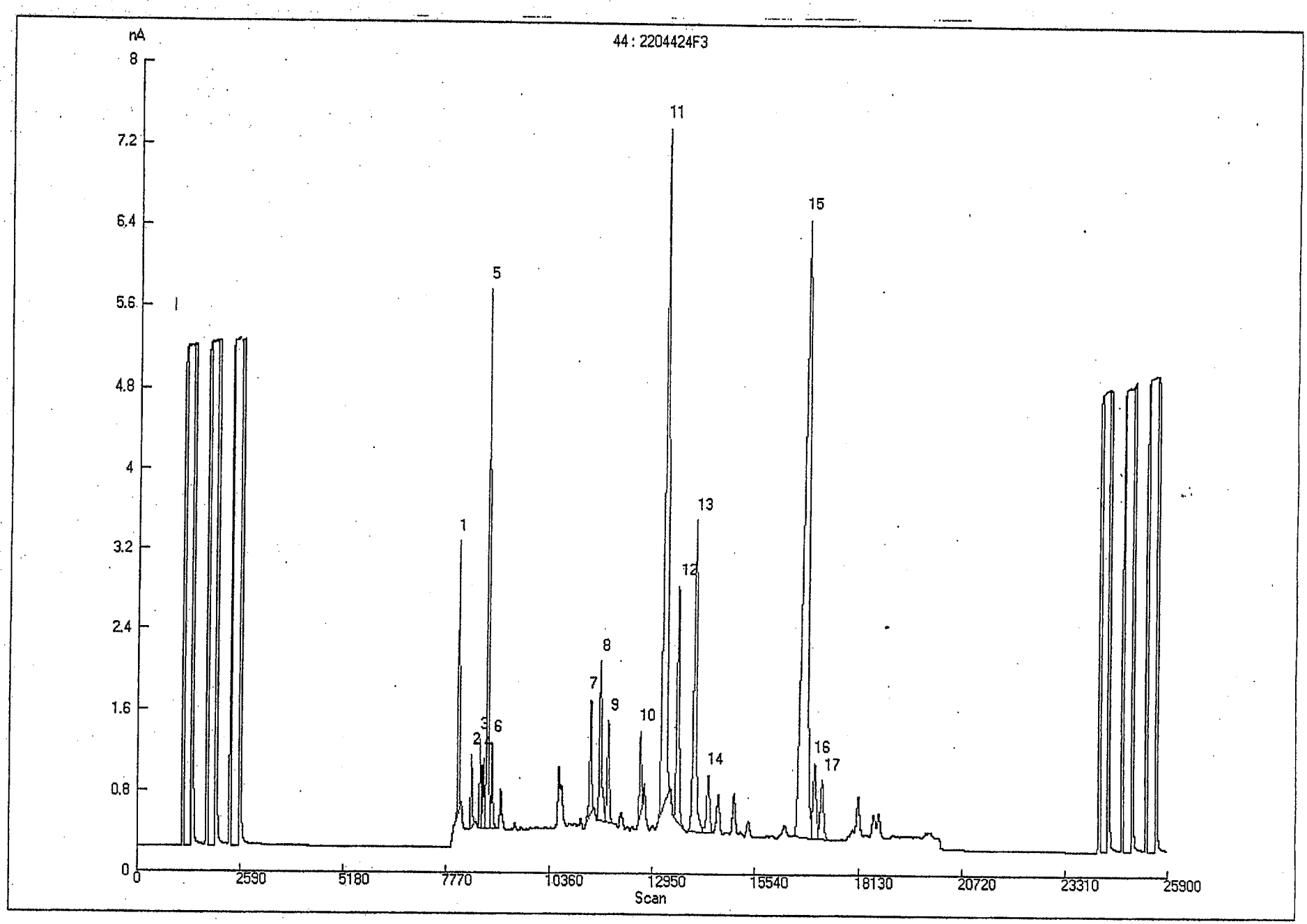

nA
44 : 2204424F3
8
7.2
6.4
5.6
4.8
4
3.2
2.4
1.6
0.8
0
0
2590
5180
7770
10360
12950
15540
18130
20720
23310
25900
Scan
I
1
2
3
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17

Fig 1

Stable Isotope
CF Analysis Results

File: 2204424F3.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 2204.spl
Line: 9
MS file: M-AN41
Inlet: GC-combustion
Inlet file: M-AN41
Sample ID:
Description: A 825424 Fraction 3/15uL

Acquistion Date: 22/4/07 15:26
Weight: 0.00
Injection Volume: 30
Bottle:
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard

Species: CO2 by CF (uncalibrated)
Gas: CO2 Uncalibrated CO2
Ratio type: Elemental
Deconvolution: Craig

	Elemental delta Label:	Value:	Molecular delta Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06	PDB

Corrections

Equilibrium correction: None

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.95	127.5	1.1680E-02	3.8069E-03
2	4.99	187.4	1.1679E-02	3.8061E-03
3	5.01	247.4	1.1679E-02	3.8054E-03
21	4.59	2427.3	1.1680E-02	3.8085E-03
22	4.62	2487.2	1.1679E-02	3.8095E-03
23	4.72	2547.2	1.1679E-02	3.8094E-03
		Mean:	1.1679E-02	3.8076E-03
		Std Dev of fit (‰):	0.04	0.18

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	807.3	2.69	1.0805E-08	1.1792E-02	9.67	-25.41	3.7008E-03	-27.90	-47.39	-17.99
2	839.9	0.71	3.1969E-09	1.1798E-02	10.12	-24.95	3.7007E-03	-27.91	-47.40	-18.01
3	861.9	0.87	3.7753E-09	1.1667E-02	-1.06	-36.44	3.6982E-03	-28.58	-48.04	-18.66
4	870.4	0.69	3.1748E-09	1.1679E-02	-0.06	-35.42	3.6994E-03	-28.27	-47.74	-18.35
5	880.8	5.32	2.5950E-08	1.1732E-02	4.50	-30.73	3.7002E-03	-28.08	-47.56	-18.16
6	891.8	0.85	4.2442E-09	1.1760E-02	6.94	-28.23	3.7014E-03	-27.75	-47.24	-17.84
7	1140.1	1.14	6.8612E-09	1.1752E-02	6.17	-28.99	3.6988E-03	-28.51	-47.98	-18.61
8	1164.3	1.58	1.0874E-08	1.1799E-02	10.22	-24.83	3.6996E-03	-28.31	-47.80	-18.41
9	1184.5	1.01	6.9761E-09	1.1768E-02	7.62	-27.52	3.7005E-03	-28.08	-47.57	-18.18
10	1265.6	0.81	4.6986E-09	1.1753E-02	6.27	-28.88	3.6982E-03	-28.72	-48.19	-18.82
11	1329.6	6.62	6.5945E-08	1.1758E-02	6.74	-28.41	3.6993E-03	-28.44	-47.92	-18.54
12	1359.9	2.34	1.6917E-08	1.1725E-02	3.92	-31.31	3.6991E-03	-28.51	-47.98	-18.60
13	1403.4	3.10	2.6667E-08	1.1761E-02	6.98	-28.16	3.6995E-03	-28.43	-47.90	-18.52
14	1436.7	0.56	5.0585E-09	1.1728E-02	4.15	-31.06	3.6973E-03	-29.01	-48.47	-19.11
15	1684.0	6.11	9.4994E-08	1.1777E-02	8.31	-26.78	3.6983E-03	-28.82	-48.29	-18.92
16	1703.9	0.74	6.9859E-09	1.1786E-02	9.09	-25.98	3.6987E-03	-28.73	-48.20	-18.83
17	1722.3	0.58	5.5981E-09	1.1780E-02	8.62	-26.45	3.6971E-03	-29.17	-48.64	-19.28

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 1/2

VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS

Numéro d'échantillon : A 225424

Numéro d'identification de l'appareil : Isoprime 2

Instruction de confirmation : I-CONF 31

1. Tune

Spécification : plateau du peack Centre ≥ 10 V

Tune conforme : oui [x] non []

2. Stabilité de l'instrument

Spécification: écart mesuré entre valeur maximale et valeur minimale du ratio 2/1 ≤ 0.5 ‰

Stabilité conforme : oui [x] non []

3. Précision de l'instrument

Code de la solution Mix Cal IRMS: 005

Valeurs obtenues (‰) pour 3 injections:

	Décane	Undécane	Dodécane	Méthyldécanoate
Moyenne	-32,78	-29,24	-32,19	-31,27
Ecart-type	0,11	0,07	0,13	0,03

Spécification: écart-type d'au moins 3 alcanes ≤ 0.5 ‰

Précision conforme : oui [x] non []

VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS

4. Calibration de l'instrument

Code de la solution Mix Cal Acétate:.....QQ1.C.....

Valeurs obtenues (‰):

	5a Androstanol AC	Etiocholanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocholanolone AC
22-04 Mix Cal Acétate	-30,64	-19,99	-33,64	-16,31
22-04 Mix Cal Acétate	-31,55	-19,88	-33,47	-16,44

Intervalle de valeurs acceptables:

	5a Androstanol AC	Etiocholanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocholanolone AC
Valeurs théoriques	-30.46	-19.91	-33.81	-16.30
Valeurs théoriques + 0.5‰	-29.96	-19.41	-33.31	-15.80
Valeurs théoriques - 0.5‰	-30.96	-20.41	-34.31	-16.80

Résultats conformes : oui [X] non []

Résultats : CONFORME / NON CONFORME

Rayer la mention inutile

Observations:

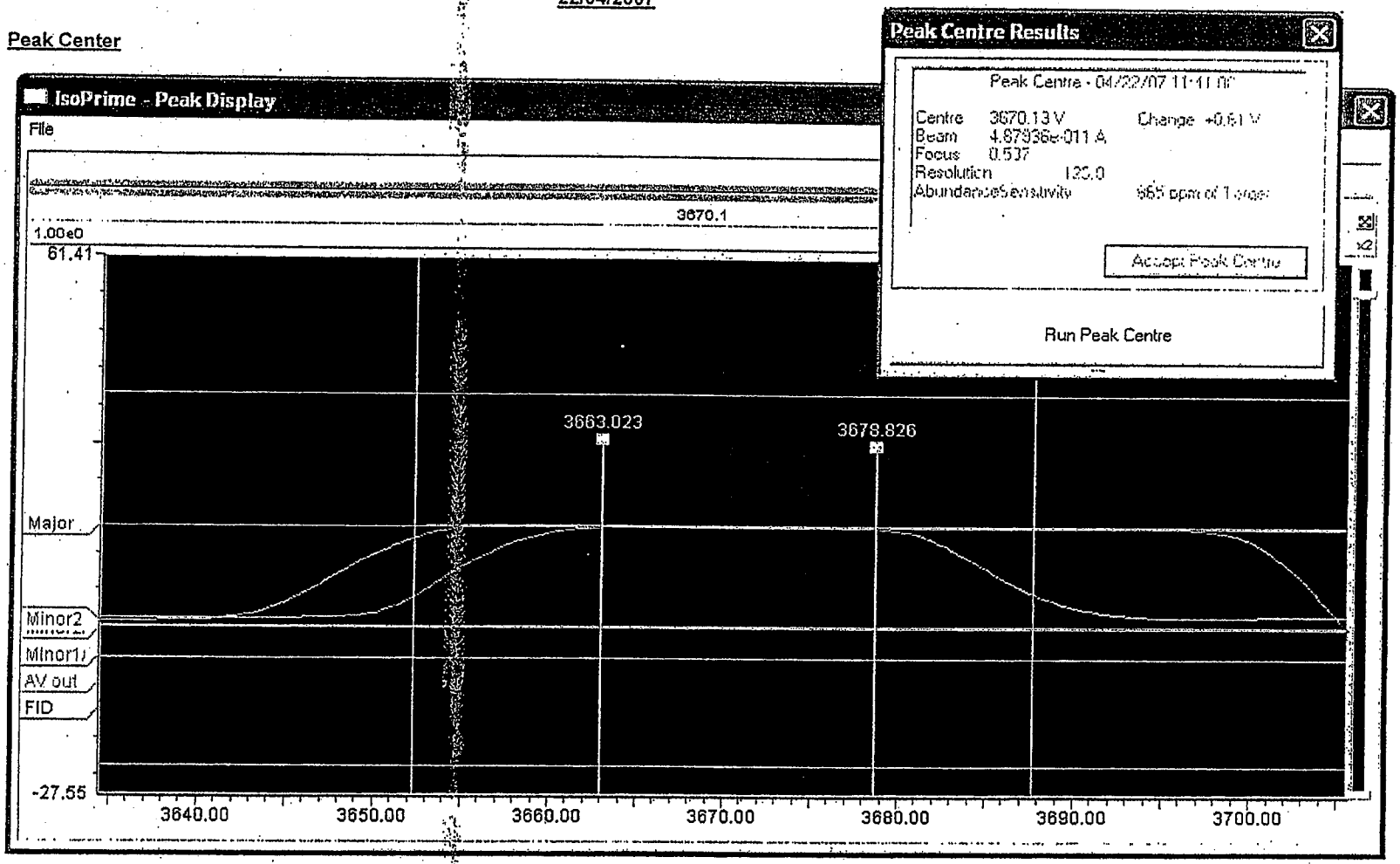
Validation

Opérateur		Responsable	
Date	Code et Visa	Date	Code et Visa
23/04/07	49	23/04/07	10

Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.

22/04/2007

Peak Center



LNDD 0708

Stable Isotope
CF Analysis Results

File: 2204stabilite1.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 2204.spl
Line: 1
MS file: Co2 stab
Inlet: GC-combustion
Inlet file: Do Nothing
Sample ID:
Description: test de stabilite

Acquistion Date: 22/4/07 11:48
Weight: 0.00
Injection Volume: 0
Bottle: 1
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard

Species: CO2 by CF (uncalibrated)
Gas: CO2 Uncalibrated CO2
Ratio type: Elemental
Deconvolution: Craig

	Elemental delta Label:	Value:	Molecular delta Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06	PDB

Corrections

Equilibrium correction: None

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.42	37.0	1.1682E-02	3.8056E-03
2	4.44	96.9	1.1682E-02	3.8050E-03
3	4.47	156.9	1.1681E-02	3.8044E-03
4	4.44	216.9	1.1680E-02	3.8048E-03
5	4.42	276.9	1.1680E-02	3.8054E-03
6	4.39	337.0	1.1680E-02	3.8058E-03
7	4.38	397.0	1.1679E-02	3.8058E-03
8	4.38	457.0	1.1680E-02	3.8057E-03
9	4.37	517.0	1.1680E-02	3.8055E-03
10	4.37	577.0	1.1679E-02	3.8058E-03
		Mean:	1.1680E-02	3.8054E-03
		Std Dev of fit (‰):	0.04	0.11

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW

42

LNDD 0709

Stable Isotope
CF Analysis Results

File: 2204stabilite2.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 2204.spl
Line: 2
MS file: Co2 stab
Inlet: GC-combustion
Inlet file: Do Nothing
Sample ID:
Description: test de stabilite

Acquistion Date: 22/4/07 11:58
Weight: 0.00
Injection Volume: 0
Bottle: 1
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard

Species: CO2 by CF (uncalibrated)
Gas: CO2 Uncalibrated CO2
Ratio type: Elemental
Deconvolution: Craig

	Elemental delta Label:	Value:	Molecular delta Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06	PDB

Corrections

Equilibrium correction: None

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.41	37.0	1.1681E-02	3.8065E-03
2	4.42	97.0	1.1681E-02	3.8065E-03
3	4.44	157.0	1.1681E-02	3.8061E-03
4	4.45	217.0	1.1681E-02	3.8063E-03
5	4.46	277.0	1.1681E-02	3.8064E-03
6	4.49	337.0	1.1681E-02	3.8060E-03
7	4.50	397.0	1.1680E-02	3.8066E-03
8	4.52	457.0	1.1681E-02	3.8064E-03
9	4.54	517.1	1.1681E-02	3.8062E-03
10	4.56	577.1	1.1681E-02	3.8063E-03
		Mean:	1.1681E-02	3.8063E-03
		Std Dev of fit (‰):	0.02	0.05

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW

73

Stable Isotope
CF Analysis Results

File: 2204stabilite3.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 2204.spl
Line: 3
MS file: Co2 stab
Inlet: GC-combustion
Inlet file: Do Nothing
Sample ID:
Description: test de stabilite

Acquistion Date: 22/4/07 12:09
Weight: 0.00
Injection Volume: 0
Bottle: 1
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard

Species: CO2 by CF (uncalibrated)
Gas: CO2 Uncalibrated CO2
Ratio type: Elemental
Deconvolution: Craig

	Elemental delta Label:	Value:	Molecular delta Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06	PDB

Corrections

Equilibrium correction: None

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.63	37.1	1.1681E-02	3.8056E-03
2	4.70	97.1	1.1681E-02	3.8049E-03
3	4.74	157.2	1.1681E-02	3.8046E-03
4	4.76	217.2	1.1681E-02	3.8043E-03
5	4.74	277.2	1.1680E-02	3.8047E-03
6	4.72	337.2	1.1681E-02	3.8050E-03
7	4.69	397.2	1.1680E-02	3.8050E-03
8	4.67	457.2	1.1681E-02	3.8053E-03
9	4.66	517.2	1.1681E-02	3.8052E-03
10	4.65	577.2	1.1681E-02	3.8052E-03
		Mean:	1.1681E-02	3.8050E-03
		Std Dev of fit (‰):	0.02	0.10

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-38B Version : A Date :25/01/2006 1 / 2

ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2

Appareil concerné: Isoprime 2

COLONNE :	Type :	DB17-MS JW Scien 122.4732
	Longueur :	30 m
	Diamètre interne :	0,25 mm
	Epaisseur du film :	0,25 µm
INJECTION :	Mode :	Split Ratio: ~~120~~ 30
	Température :	280 °C
	Volume injecté :	2 µl
CONDITION GC :	Température initiale :	100°C pendant 4 min
	Gradient de température:	100°C->150°C à 15°C/min
		150°C->200°C à 30°C/min
	Température finale :	200 °C pendant 1 min
	Pression He constante :	tr Décane environ **190 s**
INTERFACE :	Piège à eau:	-100°C
	Four à combustion :	850°C
	Ligne de transfert :	350°C
CONDITIONS MS :	Mode d'acquisition :	SIM sur les ions 44, 45 et 46
	Programmation de l'acquisition:	Temps d'acquisition total: **840s** à 20s RG open à 50s RG close à 80s RG open à 110s RG close à 160 HS close à 600s HS open à 720s RG open à 750s RG close à 780s RG open à 810s RG open Délai avant fin de l'acquisition: **30s**

ASSURANCE QUALITE
LNDD
le 18/04/06

CONFIDENTIEL

APPLICABLE le
25 JAN. 2006

75

ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	25/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	25/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	25/01/2006	p/o

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	25/01/2006

CONFIDENTIEL

FC

Stable Isotope
CF Analysis Results

File: 2204MixCalIRMS01.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 2204.spl
Line: 4
MS file: M-AN38B
Inlet: GC-combustion
Inlet file: M-AN38b
Sample ID:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005

Acquistion Date: 22/4/07 12:22
Weight: 0.00
Injection Volume: 10
Bottle: 1
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard

Species: CO2 by CF (uncalibrated)
Gas: CO2 Uncalibrated CO2
Ratio type: Elemental
Deconvolution: Craig

	Elemental delta Label:	Value:	Molecular delta Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06	PDB

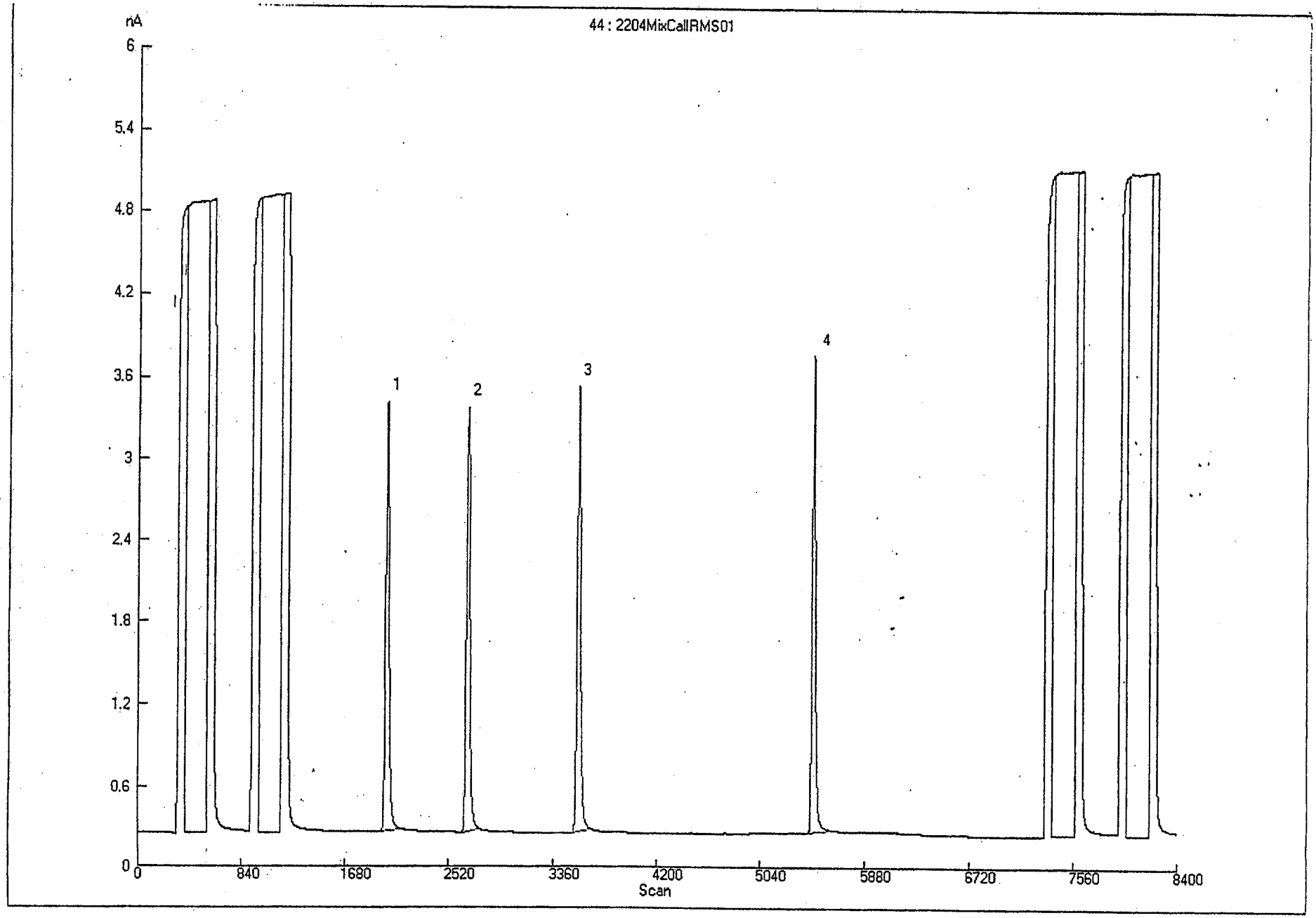
Corrections

Equilibrium correction: None

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.60	47.3	1.1680E-02	3.8084E-03
2	4.66	107.2	1.1680E-02	3.8081E-03
7	4.88	747.5	1.1681E-02	3.8078E-03
8	4.87	807.3	1.1680E-02	3.8085E-03
		Mean:	1.1680E-02	3.8082E-03
		Std Dev of fit (‰):	0.04	0.10

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	201.5	3.16	1.0314E-08	1.1710E-02	2.55	-32.73	3.7004E-03	-28.33	-47.79	-18.41
2	266.9	3.12	1.0393E-08	1.1760E-02	6.87	-28.28	3.7001E-03	-28.40	-47.88	-18.50
3	356.4	3.28	1.0773E-08	1.1716E-02	3.12	-32.13	3.6987E-03	-28.77	-48.23	-18.86
4	546.5	3.51	1.0605E-08	1.1723E-02	3.71	-31.52	3.6976E-03	-29.05	-48.50	-19.14


44 : 2204MixCalRMS01
nA
6
5.4
4.8
4.2
3.6
3
2.4
1.8
1.2
0.6
0
1
2
3
4
0
840
1680
2520
3360
4200
5040
5880
6720
7560
8400
Scan

Stable Isotope
CF Analysis Results

File:	2204MixCalIRMS02.raw	**Acquistion Date:**	22/4/07 12:38
Project:	controle2007.PRO	**Weight:**	0.00
Sample list:	2204.spl	**Injection Volume:**	10
Line:	5	**Bottle:**	1
MS file:	M-AN38B	**Type:**	
Inlet:	GC-combustion	**Standard:**	
Inlet file:	M-AN38b	**Slot Number:**	JB 251
Sample ID:		**Run Index:**	
Description:	test de performance Mix Cal IRMS 005		

Reference standard

Species: CO2 by CF (uncalibrated)
Gas: CO2 Uncalibrated CO2
Ratio type: Elemental
Deconvolution: Craig

	Elemental delta		Molecular delta		
	Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06	PDB

Corrections

Equilibrium correction: None

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.85	47.5	1.1680E-02	3.8073E-03
2	4.86	107.4	1.1681E-02	3.8069E-03
7	4.98	747.7	1.1681E-02	3.8081E-03
8	5.04	807.5	1.1681E-02	3.8081E-03
		Mean:	1.1681E-02	3.8076E-03
		Std Dev of fit (‰):	0.02	0.05

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	201.7	3.85	1.2119E-08	1.1711E-02	2.59	-32.70	3.6999E-03	-28.20	-47.67	-18.28
2	267.0	3.73	1.2098E-08	1.1762E-02	6.98	-28.16	3.6988E-03	-28.51	-47.99	-18.61
3	356.4	3.86	1.2585E-08	1.1717E-02	3.14	-32.11	3.6984E-03	-28.64	-48.11	-18.73
4	546.8	3.99	1.2713E-08	1.1727E-02	4.01	-31.22	3.6991E-03	-28.53	-47.99	-18.61

44: 2204MixCalRMS02
nA
6
5.4
4.8
4.2
3.6
3
2.4
1.8
1.2
0.6
0
840
1680
2520
3360
4200
5040
5880
6720
7560
8400
Scan
1
2
3
4

80

Stable Isotope
CF Analysis Results

File:	2204MixCalIRMS03.raw	Acquistion Date:	22/4/07 12:53
Project:	controle2007.PRO	Weight:	0.00
Sample list:	2204.spl	Injection Volume:	10
Line:	6	Bottle:	1
MS file:	M-AN38B	Type:	
Inlet:	GC-combustion	Standard:	
Inlet file:	M-AN38b	Slot Number:	JB 251
Sample ID:		Run Index:	
Description:	test de performance Mix Cal IRMS 005		

Reference standard

Species: CO2 by CF (uncalibrated)
Gas: CO2 Uncalibrated CO2
Ratio type: Elemental
Deconvolution: Craig

	Elemental delta		Molecular delta		
	Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06	PDB

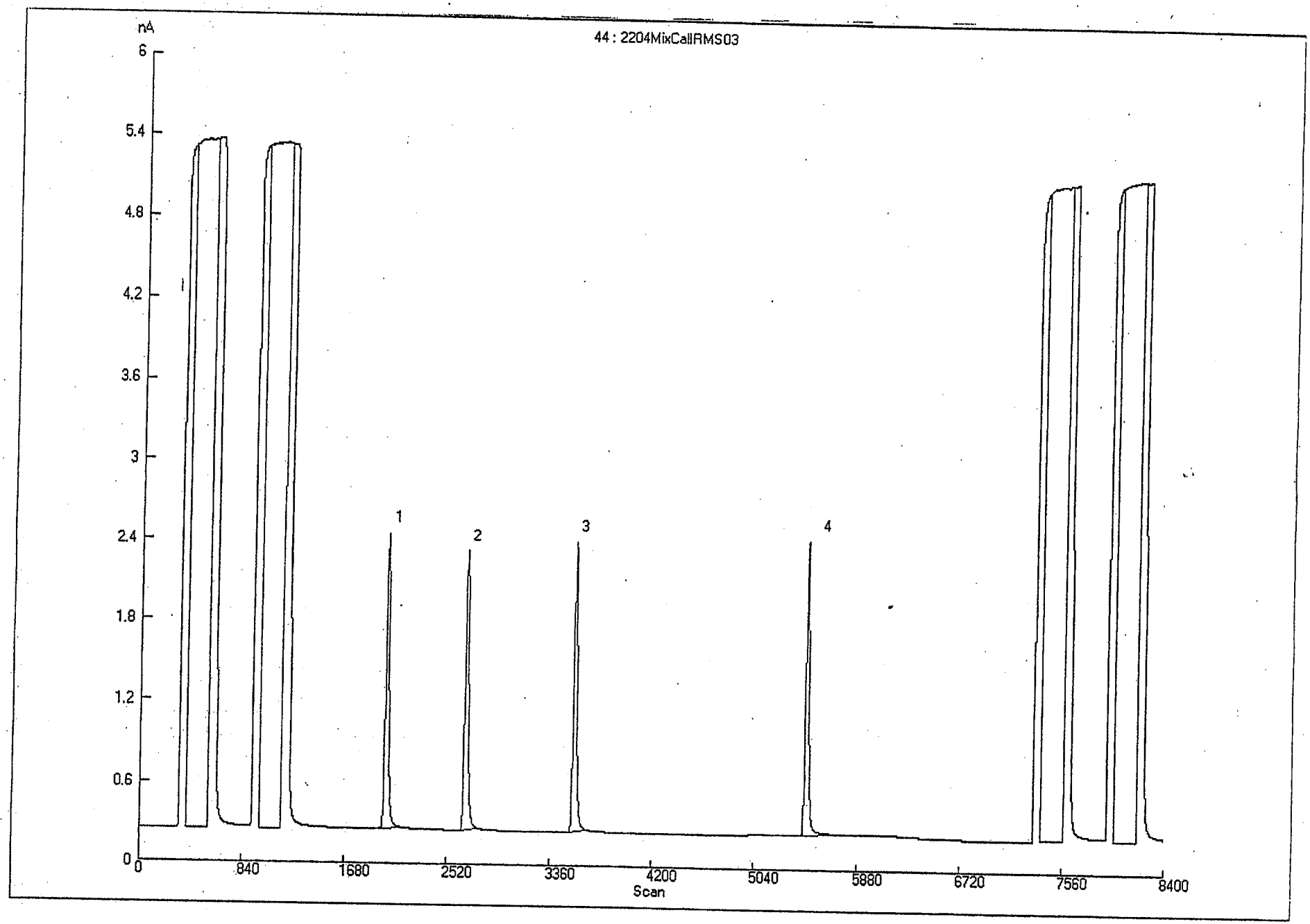
Corrections

Equilibrium correction: None

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.09	47.7	1.1681E-02	3.8082E-03
2	5.08	107.6	1.1681E-02	3.8061E-03
7	4.86	747.6	1.1681E-02	3.8087E-03
8	4.90	807.4	1.1680E-02	3.8090E-03
		Mean:	1.1681E-02	3.8075E-03
		Std Dev of fit (‰):	0.01	0.06

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	201.8	2.20	7.0024E-09	1.1709E-02	2.39	-32.90	3.6996E-03	-28.11	-47.58	-18.19
2	267.0	2.07	6.7790E-09	1.1761E-02	6.86	-28.29	3.6997E-03	-28.15	-47.63	-18.24
3	356.2	2.15	6.9562E-09	1.1715E-02	2.92	-32.34	3.6986E-03	-28.54	-48.00	-18.63
4	546.6	2.19	7.0274E-09	1.1729E-02	4.17	-31.06	3.7002E-03	-28.30	-47.77	-18.38


nA
44 : 2204MixCalIRMS03
6
5.4
4.8
4.2
3.6
3
2.4
1.8
1.2
0.6
0
1
2
3
4
0
840
1680
2520
3360
4200
5040
5880
6720
7560
8400
Scan

LNDD 0719

Stable Isotope
CF Analysis Results

File: 2204MixCalAcetate01.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 2204.spl
Line: 7
MS file: M-AN41
Inlet: GC-combustion
Inlet file: M-AN41
Sample ID:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C

Acquistion Date: 22/4/07 13:58
Weight: 0.00
Injection Volume: 10
Bottle: 2
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard

Species: CO2 by CF (uncalibrated)
Gas: CO2 Uncalibrated CO2
Ratio type: Elemental
Deconvolution: Craig

	Elemental delta Label:	Value:	Molecular delta Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06	PDB

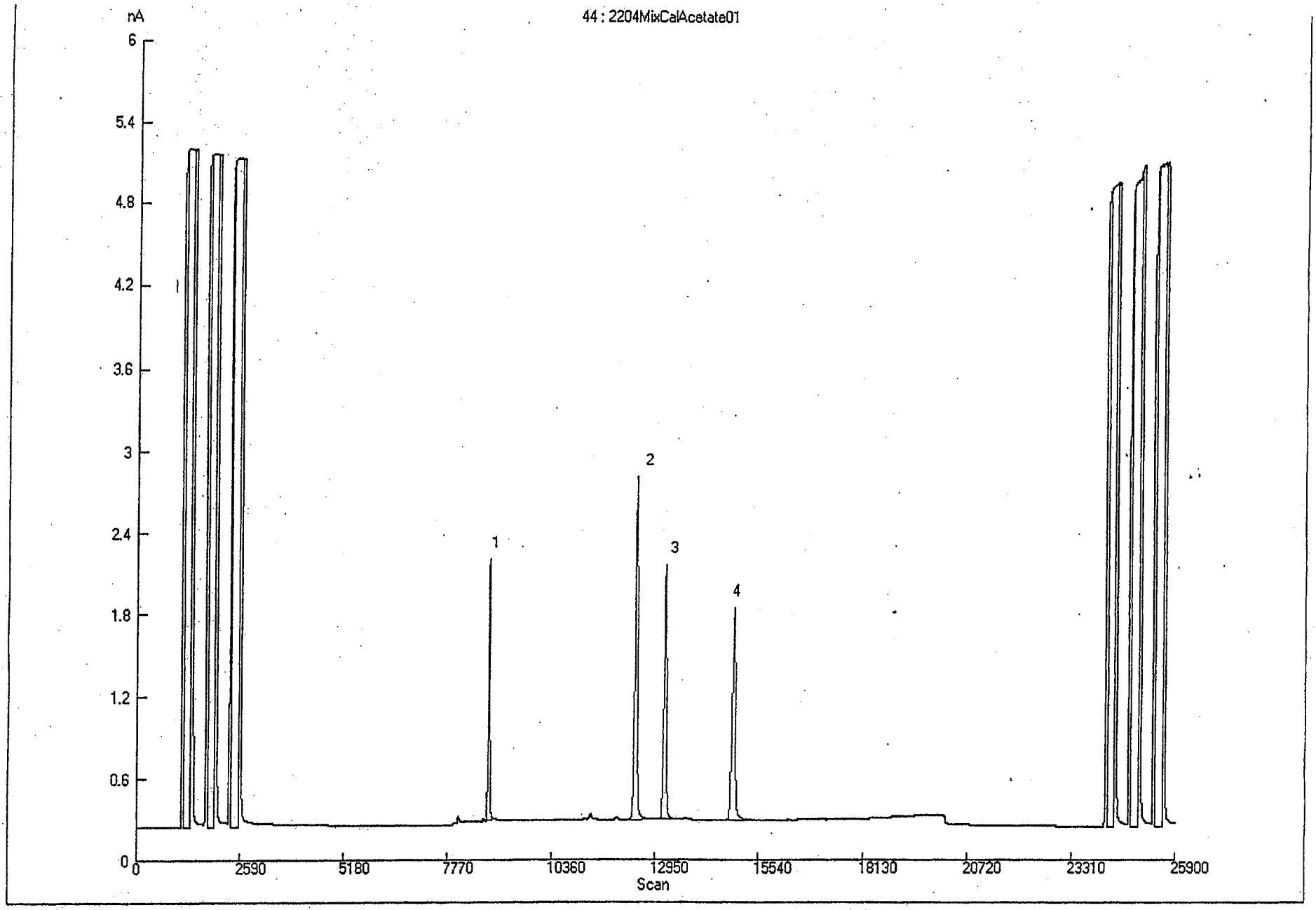
Corrections

Equilibrium correction: None

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.95	127.6	1.1681E-02	3.8062E-03
2	4.91	187.4	1.1680E-02	3.8059E-03
3	4.88	247.4	1.1681E-02	3.8052E-03
8	4.68	2427.3	1.1681E-02	3.8070E-03
9	4.73	2487.2	1.1681E-02	3.8072E-03
10	4.84	2547.3	1.1681E-02	3.8074E-03
		Mean:	1.1681E-02	3.8065E-03
		Std Dev of fit (‰):	0.03	0.10

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	879.5	1.92	8.7596E-09	1.1734E-02	4.59	-30.64	3.7001E-03	-27.87	-47.35	-17.95
2	1246.9	2.53	1.8297E-08	1.1855E-02	14.92	-19.99	3.6985E-03	-28.36	-47.85	-18.47
3	1319.7	1.87	1.3511E-08	1.1700E-02	1.66	-33.64	3.6984E-03	-28.41	-47.87	-18.49
4	1491.9	1.55	1.4528E-08	1.1897E-02	18.48	-16.31	3.6987E-03	-28.33	-47.84	-18.45


nA
44 : 2204MixCalAcetate01
6
5.4
4.8
4.2
3.6
3
2.4
1.8
1.2
0.6
0
1
2
3
4
0
2590
5180
7770
10360
12950
15540
18130
20720
23310
25900
Scan

48

LNDD 0721

Stable Isotope
CF Analysis Results

File: 2204MixCalAcetate02.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 2204.spl
Line: 14
MS file: M-AN41
Inlet: GC-combustion
Inlet file: M-AN41
Sample ID:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C

Acquistion Date: 22/4/07 19:13
Weight: 0.00
Injection Volume: 10
Bottle: 2
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard

Species: CO2 by CF (uncalibrated)
Gas: CO2 Uncalibrated CO2
Ratio type: Elemental
Deconvolution: Craig

	Elemental delta Label:	Value:	Molecular delta Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06	PDB

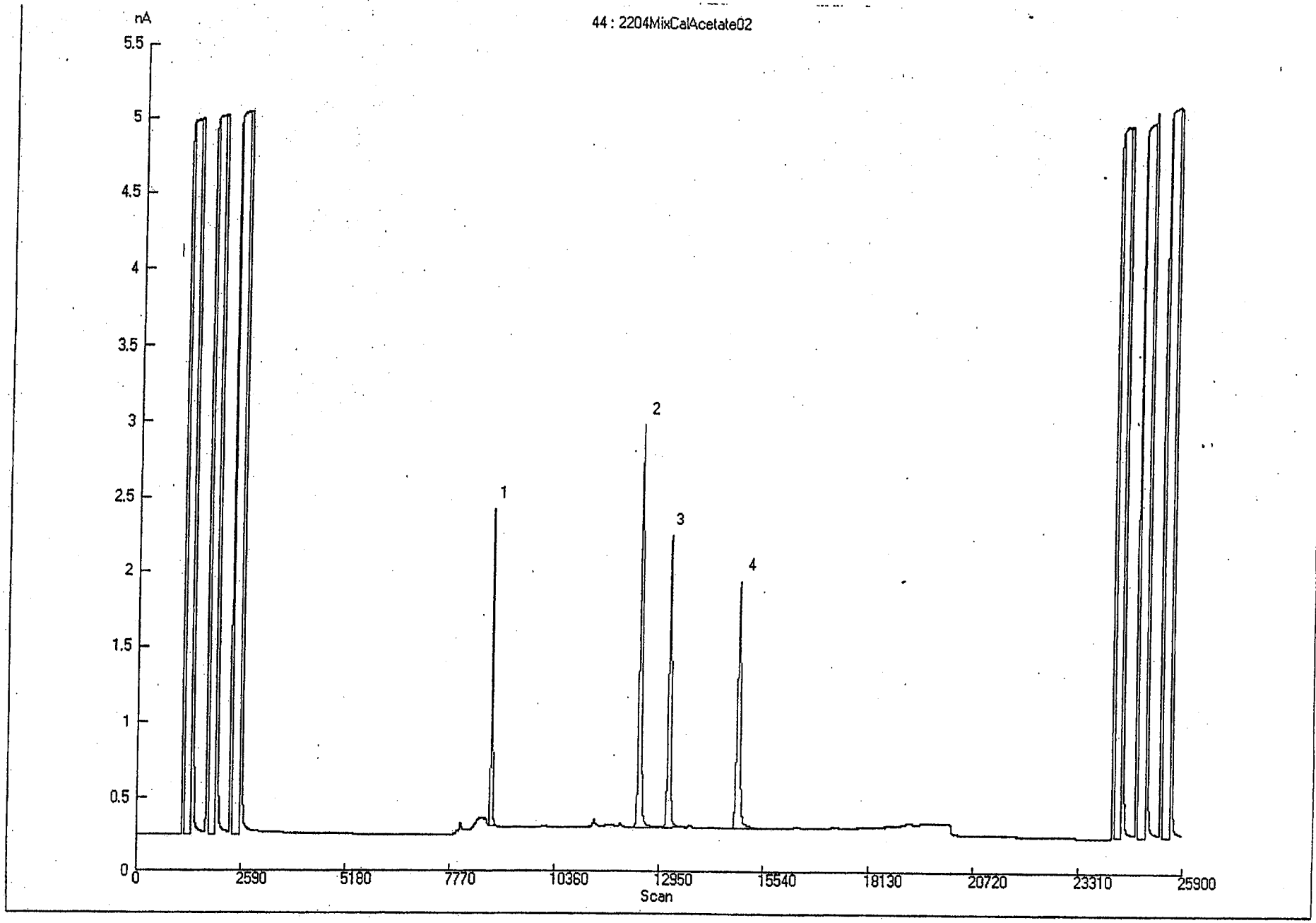
Corrections

Equilibrium correction: None

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.73	127.4	1.1679E-02	3.8089E-03
2	4.76	187.2	1.1679E-02	3.8083E-03
3	4.78	247.3	1.1679E-02	3.8075E-03
8	4.74	2427.5	1.1680E-02	3.8082E-03
9	4.75	2487.4	1.1679E-02	3.8086E-03
10	4.86	2547.4	1.1679E-02	3.8088E-03
		Mean:	1.1679E-02	3.8084E-03
		Std Dev of fit (‰):	0.02	0.14

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	879.2	2.11	9.6458E-09	1.1722E-02	3.68	-31.55	3.6990E-03	-28.71	-48.18	-18.80
2	1246.9	2.69	1.9713E-08	1.1855E-02	15.02	-19.88	3.6999E-03	-28.47	-47.96	-18.58
3	1319.4	1.94	1.4553E-08	1.1700E-02	1.83	-33.47	3.6999E-03	-28.47	-47.94	-18.56
4	1491.7	1.84	1.5352E-08	1.1894E-02	18.35	-16.44	3.7002E-03	-28.41	-47.91	-18.52


nA
44 : 2204MixCalAcetate02
5.5
5
4.5
4
3.5
3
2.5
2
1.5
1
0.5
0
1
2
3
4
0
2590
5180
7770
10360
12950
15540
18130
20720
23310
25900
Scan

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06 Version : F Date : 20/09/2006 Page : 1/2

FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS

Echantillon : A 825424 — Instrument : GC/C/IRMS Isoprime 2

Répertoire: 2204 — CO et paraphe: 49

Valeur isotopique du réactif de dérivation: -52,69

COPIE CERTIFIÉE CONFORME DES DONNÉES ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)

	Blanc urinaire		Echantillon	
	SI	11 Kétoétio	SI	11 Kétoétio
Nom du fichier	2204Blu1F1	2204Blu1F1	2204424F1	2204424F1
tr (s)	879	1496	880	1496
trr	-	1,702	-	1,701
Intensité (nA)	1,9	3,1	2,2	3,0
$\delta^{13}C$ ‰ mesurée	-30,90	-24,73	-32,13	-24,21
$\delta^{13}C$ ‰ corrigée	-	-21,79	-	-21,21

Fraction F2 (Kétos)

	Blanc urinaire			Echantillon		
	SI	Etio	Andro	SI	Etio	Andro
Nom du fichier	2204Blu1F2	2204Blu1F2	2204Blu1F2	2204424F2	2204424F2	2204424F2
tr (s)	880	1248	1275	880	1250	1276
trr	-	1,419	1,450	-	1,421	1,450
Intensité (nA)	2,2	2,8	3,3	3,1	4,3	3,8
$\delta^{13}C$ ‰ mesurée	-30,49	-25,41	-24,61	-30,55	-25,50	-24,79
$\delta^{13}C$ ‰ corrigée	-	-22,54	-21,65	-	-22,64	-21,85

Fraction F3 (Diols)

	Blanc urinaire			
	SI	5β Adiol	5α Adiol	5β Pdiol
Nom du fichier	2204Blu1F3	2204Blu1F3	2204Blu1F3	2204Blu1F3
tr (s)	881	1330	1360	1677
trr	-	1,509	1,543	1,903
Intensité (nA)	5,9	7,6	2,4	4,0
$\delta^{13}C$ ‰ mesurée	-30,54	-27,38	-28,18	-26,66
$\delta^{13}C$ ‰ corrigée	-	-22,05	-23,02	-21,70

	Echantillon			
	SI	5β Adiol	5α Adiol	5β Pdiol
Nom du fichier	2204424F3	2204424F3	2204424F3	2204424F3
tr (s)	881	1329	1360	1684
trr	-	1,509	1,544	1,912
Intensité (nA)	5,3	6,6	2,3	6,1
$\delta^{13}C$ ‰ mesurée	-30,73	-28,41	-31,31	-26,78
$\delta^{13}C$ ‰ corrigée	-	-23,30	-26,81	-21,84

87

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : **E-FCR-06**
		Version : F
		Date : 20/09/2006
		Page : 2/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

	valeur de référence d'une population témoin		**Echantillon** dans les normes	
	$\delta^{13}C$ ‰ haute	$\delta^{13}C$ ‰ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17,58	-26,27	✗	
Etio	-19,56	-26,10	✗	
Andro	-18,43	-25,02	✗	
5β Adiol	-18,55	-26,97	✗	
5α Adiol	-18,59	-27,40	✗	
5β Pdiol	-18,25	-25,55	✗	

	Blu	**Echantillon**		
	Δ‰	Δ‰ + 0,8‰	**Δ ‰**	Δ‰ - 0,8‰
Etio - 11 Kétoétio	**-0,75**	-0,63	**-1,43**	-2,23
Andro - 11 Kétoétio	**0,13**	0,16	**-0,64**	-1,44
5β Adiol - 5β Pdiol	**-0,35**	-0,65	**-1,45**	-2,25
5α Adiol - 5β Pdiol	**-1,32**	-4,16	**-4,96**	-5,76

Seuil de positivité de l'AMA: $\delta^{13}C$‰(métabolite) - $\delta^{13}C$‰(composé endogène de référence) > 3‰

$\delta^{13}C$ du composé < -28‰

Variation maximale admissible liée à la méthode: +/- 0,8‰

COPIE CERTIFIÉE CONFORME DES DONNÉES ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Conclusion

L'analyse par spectrométrie de masse de rapport isotopique (EC 31) indique une origine exogène des métabolites de la Testostérone, cohérente avec une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la Testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 5‰ pour le métabolite 5α-androstanediol.

Partie à remplir par le responsable

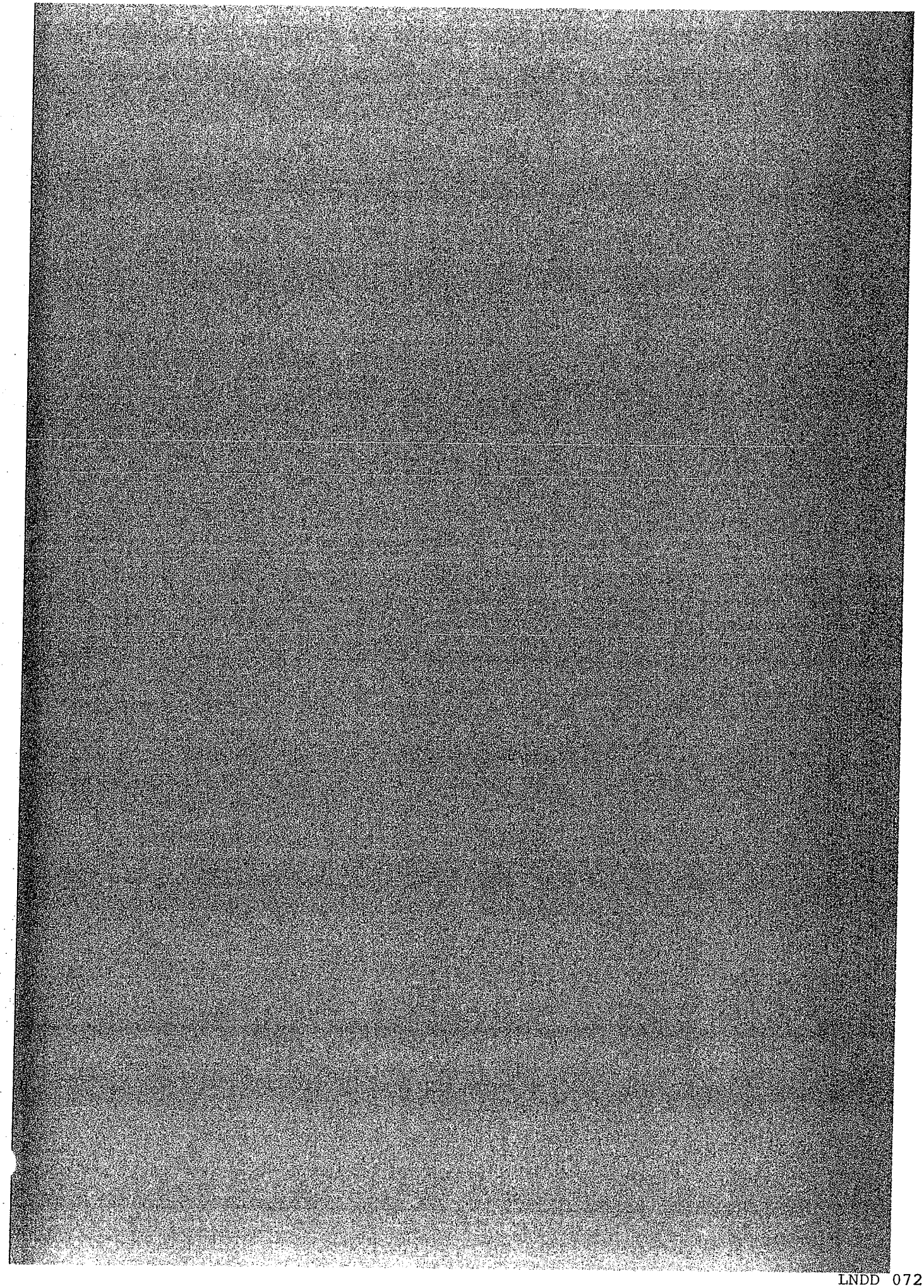
Date et Paraphe du responsable: 23/04/07

Observations:

Ecart(s) n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation

88



afld
agence française de lutte contre le dopage
Département des Analyses

cofrac
ACCRÉDITATION COFRAC
N°1-1791
PORTÉE
DISPONIBLE SUR
ESSAIS WWW.COFRAC.FR

Châtenay-Malabry, le 23 avril 2007

30205

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

RAPPORT D'ANALYSE N° 1

Demande d'analyse de l'USADA du 13/04/2007

Sport :	**USADA**
Épreuve et lieu :	**Réanalyse**
Date :	**16/04/2007**

Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :

Date :	**16/04/2007**
Type de matériel :	**Berlinger**
Nombre d'échantillon(s) :	**1 (sur 10 échantillons reçus)**
Référence de(s) l'échantillon(s) :	**825424**

Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA 2007)

Date de début des analyses : **16/04/2007**

Méthodes d'analyses utilisées : Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse et chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse de rapport isotopique.

Conclusions : ***(pH = 5.3 d = 1.018 +/- 0.001)***

L'analyse complémentaire par spectrométrie de masse de rapport isotopique indique une origine exogène des métabolites de la Testostérone, cohérente avec une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs

L'origine exogène des métabolites de la Testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 5,0 ‰ pour le métabolite 5α-Androstanediol.

Résultat exprimé par rapport au critère suivant :

- Appauvrissement isotopique > à 3 ‰ *(variation maximale admissible appliquée au laboratoire = 0.8‰)*

J. de CEAURRIZ
Directeur

Destinataire :

- USADA – T. Tygart (1330 quail lake loop – suite 260 Colorado Springs – CO 80906 – USA)

Copie :

- Union Cycliste Internationale – A. GRIPPER (CH 1860 AIGLE - SUISSE)

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 4 page(s).

www.afld.fr | 143, avenue Roger Salengro 92290 Châtenay-Malabry | Tél. : 33 (0)1 46 60 28 69 | Fax : 33 (0)1 46 60 30 17